



Université  
de Toulouse

# THÈSE

En vue de l'obtention du

## DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

**Délivré par :**

Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse)

**Discipline ou spécialité :**

Génie des Procédés et de l'Environnement

---

**Présentée et soutenue par :**

M. ANTOINE AUBIN

le vendredi 27 juin 2014

**Titre :**

OPTIMISATION DES OPERATIONS DE SECHAGE DANS LA CHAINE  
DE FABRICATION DU PVC EN POUDRE. EXPERIMENTATION,  
SIMULATION, MODELISATION.

---

**Ecole doctorale :**

Mécanique, Energétique, Génie civil, Procédés (MEGeP)

**Unité de recherche :**

Laboratoire de Génie Chimique (L.G.C.)

**Directeur(s) de Thèse :**

M. MEHRDJI HEMATI

M. RENAUD ANSART

**Rapporteurs :**

M. KHASHAYAR SALEH, UNIVERSITE DE TECHNOLOGIE DE COMPIEGNE

M. YANN ROGAUME, UNIVERSITE NANCY 1

**Membre(s) du jury :**

M. OLIVIER SIMONIN, INP TOULOUSE, Président

M. MEHRDJI HEMATI, INP TOULOUSE, Membre



---

*"L'homme n'est pas fait pour construire des murs  
mais pour construire des ponts."*

**Lao Tseu**

---



# Remerciements



---

En premier lieu je tiens à remercier *Mehrdji Hemati*, mon directeur de thèse, pour son investissement constant au cours de ces quatre années. Outre les connaissances qu'il m'a transmises, travailler à ses côtés m'a permis d'évoluer tant sur le plan personnel que sur le plan professionnel. La qualité de ses conseils, de ses encouragements, et, quand il le fallait, de ses reproches, m'ont permis d'aller au bout de cette aventure.

Un énorme merci aussi à *Renaud Ansart*, qui est arrivé dans ce projet un peu en retard, mais qui m'a apporté une autre vision des choses, tout en me formant pour combler mes lacunes sur le plan hydrodynamique. Ses encouragements m'ont permis de garder la tête hors de l'eau pendant les moments les plus compliqués.

Je tiens aussi à remercier *Thierry Lasuye* et *Marc Branly* pour m'avoir fait confiance en me confiant ce projet, ainsi que pour leur patience et leur expertise. J'en profite pour remercier aussi tout le personnel d'INEOS ChlorVinyls, notamment *Annie Culo* et *Christophe Dievart* ainsi que tout le personnel du service Recherche et Analyse.

Un grand merci aux membres du Jury, mes rapporteurs *Kashayar Saleh* et *Yann Rogaume*, et le président du jury *Olivier Simonin*, pour le temps passé à décortiquer mon manuscrit, ainsi que pour la discussion pendant la soutenance. J'ai grandement apprécié leurs analyses ainsi que leurs encouragements pour la suite de ma carrière.

Comment ne pas remercier l'ensemble du personnel du LGC ? Que ce soit les techniciens, en particulier *Patrick Tyack*, *Michel Molinier*, *Etienne Prévot*, et *Ignace Coghe*, pour le temps passé pour faire fonctionner mes manip ou pour concevoir les différents éléments, ou encore le personnel administratif : *Danièle Bouscary*, *Claudine Lorenzo*, *Maria Escobar*, et *Christine Taurines*, qui m'ont grandement facilité la tâche en me permettant de me concentrer exclusivement sur mon travail de recherche. Et un grand merci à *Alain Philippe* qui s'efforce de maintenir une très bonne ambiance au sein du laboratoire, et qui prend soin de tous les doctorant(e)s (même si j'attends toujours l'invitation à manger !).

Je remercie également l'ensemble des enseignants - chercheurs du LGC Rangueil et de l'Université Paul Sabatier, en particulier *Yannick Hallez*, *Clémence Coestier*, *Mathieu Gibilaro*, et *Isabelle Hallery* qui m'ont chaleureusement accueilli au sein de leurs équipes, et qui m'ont permis de faire mes premiers pas dans l'enseignement avec sérénité.

Bien entendu je tiens à remercier l'ensemble des doctorants, post doctorants, stagiaires, ... que j'ai croisé au cours de ces années, ils m'ont toujours soutenus et supportés dans les moments difficiles, mais ils m'ont aussi permis de venir travailler avec le sourire chaque matin. Donc, dans le désordre : *Fa Boulfie*, *Gaby*, *Rold*, *Benjamin le stagiaire*, *S'bastien*, *Imane*, *Pauline Barbie<sup>TM</sup>*, *Rihab*, *Nico*, *Marc*, *Xavier*, *Binbin*, *Andres*, *Sylvia*, *Sarah*, *Séda*, *Nick*, *Marianne*, *Nini*, *Jéro*, *Alexis*, *Benoit*, et tous les autres !

Il serait aussi impossible d'écrire ces remerciements sans citer tous mes amis, qui m'ont permis de décompresser au cours de ces années, et qui m'ont régulièrement remotivé quand ça n'allait pas ! Je commence par ma tripoté de colloqs : *Tomtom l'éternel*, *Mathieu*, *Aline*, *Lolo le caribou*, *Isma*, et *Cyril le voisin*, l'ensemble du TCMS : *Servat*, *Tondeuse*, *Sagne*, *Sonic*, *Roro*, *Titou*, *Cube*, *Lolo*, *Rémi*, *Jérôme*, *Victor*, *Roro*, *Bernard*, *Papy*, *JM*, *Boubou*, *Sacca*, *Cap'tain Yo*, et tous les autres joueurs. Je pense aussi à la team Bikini : *Van*, *Chris*, *Cyril*, *Kuby*, *Yaya*, *Pat*, *Jérôme*, ..., et aux amis de toujours : *S'bastien 1<sup>er</sup> du nom*, *Le Roux*, *Flo*, *Steph*, *Fred*, *Poutpout*, *Casa*, *Krijou*, *Arnaud*, *Cécile*, *Fred de Vred*, *Rémi Fédér*, *Fix*, *Gino*, *Mag*, *Polo*, *Charlotte*, *Alicia*, *Flon*, *Pyv*, *Luma*, *Tibo*, *Aurélié*, *Caro Loulou et son pied*, *Hugo*, *Dodo*, *Toitoiné*, *Pépité* et *Got'*. J'ai sûrement oublié beaucoup de monde, mais je saurais me faire pardonner.

---

Et enfin, je tiens à remercier mes parents et mes frères, pour leur soutien sans faille et ce depuis bien longtemps ! Il y aurait beaucoup de choses à rajouter, mais ce n'est pas forcément utile de le préciser ici.

# Table des matières

<b>Remerciements</b>	<b>7</b>
<b>Table des matières</b>	<b>9</b>
<b>Introduction</b>	<b>17</b>
<b>Nomenclature</b>	<b>23</b>
<b>I Introduction Générale.</b>	<b>29</b>
<b>1 Problématiques et description du procédé industriel.</b>	<b>33</b>
1.1 Présentation générale du PolyChlorure de Vinyle (PVC). . . . .	34
1.2 Mécanismes de formation et morphologie des particules de PVC. . . . .	37
1.3 Description du procédé industriel. . . . .	40
1.3.1 Section réactionnelle. . . . .	40
1.3.2 Section de séparation. . . . .	44
1.4 Conclusion. . . . .	47
<b>2 Caractérisation des particules de PVC. Propriétés physiques, physico-chimiques, et écoulement du PVC en poudre.</b>	<b>49</b>
2.1 Propriétés morphologiques et texturales des particules de PVC. . . . .	50
2.1.1 Propriétés granulométriques. . . . .	50
2.1.2 Propriétés texturales des grains de PVC : porosité et distribution de tailles de pores. . . . .	52

2.2	Propriété physico-chimiques et thermodynamiques du PVC. . . . .	56
2.2.1	Définition : Nature de l'eau dans un corps humide. . . . .	56
2.2.2	Equilibres thermodynamiques (adsorption) des différents grades de PVC en poudre. . . . .	57
2.2.3	L'eau capillaire . . . . .	58
2.3	Propriétés d'écoulement du PVC en poudre. . . . .	61
2.3.1	Paramètres d'écoulement du PVC en poudre : cohésivité et coulabilité. . . . .	61
2.4	Vitesses caractéristiques. . . . .	63
2.4.1	Transport pneumatique du PVC en poudre : écoulement en phase diluée et vitesses caractéristiques. . . . .	66
2.5	Conclusion. . . . .	69
<b>3</b>	<b>Le procédé de séchage thermique.</b>	<b>71</b>
3.1	Opérations de séparation dans la chaîne de fabrication du PVC en grain. . . . .	73
3.1.1	Humidité résiduelle d'un gâteau de filtration. . . . .	74
3.1.2	Séchage convectif du PVC. . . . .	75
3.2	La cinétique de séchage. . . . .	79
3.3	Le séchage de particules poreuses. . . . .	81
3.3.1	Transferts externes dans un séchoir convectif. . . . .	81
3.3.2	Transferts internes à la particule : description des mécanismes internes. . . . .	84
3.3.3	Modélisation du séchage thermique. . . . .	88
3.4	Conclusion. . . . .	89
<b>II</b>	<b>Etude de la cinétique de séchage à l'échelle du grain.</b>	<b>91</b>
<b>4</b>	<b>Matériel et méthodes.</b>	<b>93</b>
4.1	La veine de séchage. . . . .	95
4.1.1	Description de l'installation. . . . .	95
4.1.2	Protocole expérimental et exemples de résultats. . . . .	96
4.2	Le lit fluidisé à immersion. . . . .	98
4.2.1	Description de l'installation. . . . .	98
4.2.2	Protocole expérimental et méthode d'exploitation. . . . .	101
4.2.3	Plages de mesures. . . . .	102
4.2.4	Exemple type de résultats. . . . .	103
4.2.5	Définitions des temps caractéristiques. . . . .	105
4.2.6	Temps de réponse des sondes hygrométriques. . . . .	106
4.3	Comparaison des dispositifs expérimentaux. . . . .	110
4.4	Conclusion. . . . .	112

<b>5</b>	<b>Présentation des résultats expérimentaux.</b>	<b>113</b>
5.1	Etude préliminaire. . . . .	114
5.1.1	Influence de la masse de l'échantillon - isothermicité du lit. . . . .	114
5.1.2	Détermination des coefficients de transferts associés au lit fluidisé à immersion. . . . .	117
5.2	Étude expérimentale du séchage du PVC en poudre. . . . .	131
5.2.1	Reproductibilité des expériences. . . . .	132
5.2.2	Influence des paramètres opératoires. . . . .	132
5.2.3	Influence des paramètres intrinsèques. . . . .	138
5.3	Conclusion. . . . .	145
<b>6</b>	<b>Modèles cinétiques.</b>	<b>147</b>
6.1	Modélisation des transferts couplés à l'échelle de la particule. . . . .	148
6.1.1	Choix du modèle. . . . .	148
6.1.2	Modélisation de la cinétique de séchage à l'échelle du grain. . . . .	150
6.2	Modélisation du lit fluidisé à immersion. . . . .	152
6.2.1	Exemples de résultats : . . . . .	155
6.2.2	Etude paramétrique du modèle. . . . .	159
6.2.3	Comparaison des résultats théoriques et expérimentaux : influence des paramètres opératoires. . . . .	162
6.3	Simulation numérique 3D du lit fluidisé à immersion avec le code NEPTUNE_CFD. . . . .	165
6.3.1	Equations de transport. . . . .	165
6.3.2	Paramètres numériques du cas de calcul. . . . .	168
6.3.3	Présentation des résultats. . . . .	171
6.4	Conclusion. . . . .	187
<b>III</b>	<b>Etude du procédé industriel</b>	<b>189</b>
<b>7</b>	<b>Description et modélisation du procédé de séchage thermique.</b>	<b>191</b>
7.1	Présentation du procédé de séchage industriel. . . . .	192

7.1.1	Fonctionnement du séchoir pneumatique : . . . . .	192
7.1.2	Fonctionnement du séchoir à lit fluidisé : . . . . .	194
7.2	Données opératoires et acquisition des données expérimentales sur le séchoir pneumatique industriel. . . . .	198
7.3	Modélisation du procédé. . . . .	201
7.3.1	Principe du modèle. . . . .	201
7.3.2	Influence des paramètres opératoires. . . . .	203
7.4	Optimisation du procédé. . . . .	207
7.4.1	Modification de la politique de contrôle du procédé. . . . .	207
7.4.2	Autres modifications du procédé. . . . .	208
7.5	Conclusion . . . . .	209
<b>8</b>	<b>Modélisation du séchoir pneumatique industriel.</b>	<b>211</b>
8.1	Principe du modèle. . . . .	212
8.2	Présentation et discussion des résultats. . . . .	212
8.2.1	Paramètres de simulation. . . . .	212
8.2.2	Sensibilité du modèle vis à vis des coefficients de transferts gaz/particules.	213
8.2.3	Validation du modèle avec les mesures effectuées sur le procédé industriel. . . . .	217
8.3	Publication dans le journal Powder Technology. . . . .	219
8.4	Conclusion. . . . .	233
	<b>Conclusion générale</b>	<b>237</b>
	<b>Bibliographie</b>	<b>241</b>
	<b>Annexes</b>	<b>246</b>
<b>A</b>	<b>Définitions des grandeurs utilisées dans ce travail de recherche.</b>	<b>249</b>
<b>B</b>	<b>Méthode de calcul de la tortuosité.</b>	<b>253</b>
<b>C</b>	<b>L'indice de coulabilité d'une poudre selon Carr (1965).</b>	<b>257</b>



<b>D Principes de fonctionnement de séchoirs classiques.</b>	<b>261</b>
<b>E Différentes corrélations pour déterminer le coefficient de transfert thermique.</b>	<b>265</b>
<b>F Modèle à l'échelle d'une particule isolée : Cas général.</b>	<b>267</b>
F.1 Hypothèses et équations. . . . .	268
F.1.1 Détermination des profils d'humidité et de température dans la croûte sèche. . . . .	268
F.1.2 Bilans sur la particule. . . . .	271
F.2 Présentation des résultats du modèle à l'échelle du grain. . . . .	272
<b>G Équations régissant le modèle entrée/sortie du procédé industriel de séchage thermique.</b>	<b>277</b>
G.1 Bilans sur les séchoirs. . . . .	278
G.2 Méthode de calcul des débits d'utilité. . . . .	280



# Introduction



Les travaux présentés dans ce mémoire ont été réalisés au sein du Laboratoire de Génie Chimique de Toulouse (LGC) sous la direction du Professeur Mehrdji Hemati en collaboration avec la société INEOS ChlorVinyls (anciennement Société Artésienne de Vinyle filiale de Tessenderlo), située à Mazingarbe.

Cette introduction a pour but de présenter le contexte dans lequel se place cette étude ainsi que les problématiques et les enjeux, tant sur le plan industriel que sur le plan technique. L'accent sera mis sur le contexte économique et environnemental ainsi que sur les phénomènes physiques associés au séchage de particules poreuses. Enfin, le plan général de cette étude sera détaillé.

### Contexte et enjeux économiques.

Le PVC est un polymère utilisé dans un grand nombre de secteurs industriels. De ce fait il fait partie des polymères les plus produits mondialement. Il existe différents procédés de fabrication, cependant, le procédé le plus répandu est le procédé de polymérisation en suspension.

INEOS ChlorVinyls est le spécialiste européen de production de PVC en suspension et produit une palette de grades afin de couvrir toutes les applications de ce polymère (ces applications prennent place dans différents secteurs industriels tels que le bâtiment, l'automobile, l'emballage, le milieu hospitalier, ou encore la vie quotidienne). Ainsi une grande flexibilité du procédé est requise pour assurer les nombreux changements de grades. Cette flexibilité est rendue possible par l'utilisation d'un séchoir pneumatique combiné à un séchoir à lit fluidisé.

La consommation énergétique d'une usine de production de PVC en France et en Europe représente 30% du coût de transformation. Ce coût est en augmentation constante depuis 10 ans (il est passé de 20 à 30%). Cette transformation engendre approximativement 0,2 tonne de CO<sub>2</sub> par tonne de PVC produite. Des efforts conséquents ont été réalisés dans cette profession pour améliorer les consommations énergétiques.

Cependant, le séchage du PVC représente toujours un tiers de la consommation totale en énergie et 50% du rejet en CO<sub>2</sub> : soit 0,1 tonne de CO<sub>2</sub> par tonne de PVC produite par l'étape de séchage. On peut aussi exprimer ces consommations énergétiques liées au séchage en termes de coûts de revient du PVC à différentes échelles, sachant que le coût énergétique de l'étape de séchage est de 10 à 15 €/ tonne de PVC à ce jour :

- Au niveau de la société INEOS ChlorVinyls, cela représente :
  - 25 000 tonnes de CO<sub>2</sub> émis par an,
  - soit 2,5 à 3,8 M€ de coût énergétique par an
- Au niveau européen (pour 5 000 000 tonnes de PVC produites par an) :
  - 500 000 tonnes de CO<sub>2</sub> émis par an,
  - soit 50 à 75 M€ de coût énergétique par an.

Dans le cadre de ce projet, nous proposons de nous focaliser sur l'étape de séchage de la poudre de PVC et de mettre en place une démarche de réduction de la consommation énergétique de cette étape.

### Objectifs scientifiques et techniques du projet.

L'opération de séchage (ou démouillage) est conditionnée par la combinaison de phénomènes concernant différents domaines : la physico-chimie, les transferts thermiques et massiques, et les phénomènes hydrodynamiques spécifiques aux séchoirs employés (séchoir pneumatique et séchoir à lit fluidisé).

Ce travail doit aboutir à la création d'une base des données expérimentales et de modèles phénoménologiques et théoriques indispensables pour la conception des outils de simulation des unités actuelles de production. Ils seront destinés à appuyer l'amélioration, la conception et l'optimisation des unités existantes et permettront des expérimentations qui seraient impossibles à réaliser directement sur l'outil industriel (pour des raisons évidentes de sécurité et de productivité).

Ainsi, l'objectif de ce travail est donc d'atteindre une compréhension plus fine du comportement des séchoirs par le couplage d'une approche expérimentale et numérique sur deux échelles d'observation : la particule isolée et le séchoir industriel.

Les verrous scientifiques et techniques de ce projet sont directement liés aux interactions existantes entre :

- Les conditions opératoires de synthèse du PVC qui conditionnent les propriétés morphologiques, texturales et surfaciques du grain,
- Les phénomènes de démouillage et séchage qui affectent les propriétés d'usage et le coût de la production.

Ainsi, afin de prendre en compte cette double contrainte, il convient de :

- parvenir à une caractérisation fine de l'interface de la morphologie et de la texture du grain poreux sur l'activité de l'eau (approche thermodynamique),
- déterminer la cinétique de séchage au niveau du grain et parvenir à une modélisation des phénomènes en tenant compte des données d'équilibre thermodynamique,
- prendre en compte le comportement du gaz et des particules solides dans les séchoirs pilotes (étude hydrodynamique et thermique),
- parvenir à appréhender qualitativement et quantitativement le saut d'échelle entre le grain de PVC et le procédé industriel de séchage. La transposition des résultats obtenus à l'échelle du grain vers le procédé industriel passe nécessairement par l'intégration des modèles cinétiques intrinsèques (obtenus à l'échelle de grain) dans un modèle macroscopique qui tient compte de l'hydrodynamique et des transferts (thermique et matière) dans les séchoirs,
- parvenir à une validation du modèle sur installation pilote et sur installation industrielle.

### Organisation du mémoire.

Pour répondre aux différents objectifs, présentés ci-dessus, ce travail de recherche est divisé en trois parties :

- Une introduction générale, divisée en trois chapitres :
  - L'objet du Chapitre 1 est de présenter la problématique de l'étude et de décrire le procédé industriel dans sa globalité (sections réactive et séparative).

- Le Chapitre 2 consiste en l’acquisition des propriétés morphologiques, texturales, physico-chimiques, thermodynamiques, et d’écoulement des différents grades de PVC étudiés.
- Tandis que le Chapitre 3 décrit le phénomène de séchage d’un point de vue technologique d’une part (description du fonctionnement des installations) et d’un point de vue théorique et phénoménologique d’autre part (description des phénomènes physiques élémentaires ayant lieu durant le séchage thermique de particules poreuses). Les études réalisées dans ce chapitre présentent le cas général et sont par la suite orientées vers les problématiques de ce travail de recherche.
- La seconde partie de ce travail est axée sur l’étude du séchage à l’échelle d’une particule de PVC. Cette partie est divisée en trois chapitres :
  - Le Chapitre 4 présente les différents dispositifs expérimentaux utilisés dans le but d’acquérir les données cinétiques du séchage du PVC à l’échelle d’une particule isolée. Le principe de la méthode expérimentale retenue repose sur l’immersion d’une faible quantité de particules de PVC dans un lit fluidisé de grosses particules inertes et chaudes.
  - Le Chapitre 5 résume les différentes études expérimentales menées concernant l’influence des paramètres opératoires (vitesses, température, et humidité du gaz) et de la morphologie des particules sur le cinétique de séchage.
  - L’objet du Chapitre 6 est d’établir une loi de cinétique intrinsèque de séchage (cinétique à l’échelle d’une particule isolée). Cette loi est intégrée dans le modèle du lit fluidisé à immersion. La modélisation du lit fluidisé à immersion fera l’objet de deux approches : une modélisation globale, en considérant le lit fluidisé comme un mélangeur parfait d’une part, et une simulation 3D effectuée à l’aide d’un code de calcul permettant d’étudier les transferts de matière, de chaleur et de quantité de mouvement couplés de systèmes polydisperses d’autre part.
- Enfin, la dernière partie de ce travail, axée sur l’étude du séchage à l’échelle des séchoirs industriels, est divisée en deux chapitres :
  - Le Chapitre 7 comprend deux parties :
    - ◊ La simulation globale du procédé de séchage thermique. Le modèle développé repose sur l’écriture des bilans globaux de matière et de chaleur sur l’ensemble des éléments du procédé.
    - ◊ L’acquisition des données industrielles sur le séchoir pneumatique. Pour ce faire, nous avons instrumenté un séchoir industriel dans le but d’établir les profils axiaux de température et d’humidité de la phase gazeuse.
 De plus ce chapitre présente les résultats des différentes simulations réalisées dans le but de réduire la consommation énergétique du procédé.
  - Le huitième et dernier Chapitre présente la modélisation du séchoir pneumatique. Ce modèle prend en compte le comportement hydrodynamique du gaz et des particules solides, ainsi que les bilans différentiels de matière et de chaleur sur les deux phases. Le phénomène de séchage est modélisé suivant la loi cinétique établie à l’échelle d’une particule isolée. La validité de ce modèle est réalisée grâce aux résultats expérimentaux récoltés sur le séchoir industriel. Cette étude a fait l’objet d’une publication présentée à la fin du chapitre.

De plus, l’Annexe A (page 250) résume la définition des différentes grandeurs classiques (humidités, chaleurs massiques humides, ...) utilisées pour étudier les problèmes de séchage.





# Nomenclature



## Nomenclature

### Symboles latins :

$A_c$	Section du séchoir	$m^2$
$A_p$	Surface externe de la particule	$m^2$
$a_w$	Activité de l'eau	-
$C_D$	Coefficient de traînée	-
$Cp_k^i$	Capacité calorifique de l'espèce k dans l'état i (si l'état n'est pas précisé, il s'agit de l'état de référence)	$J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$
$Cp_{h,k}$	Capacité calorifique humide de l'espèce k	$J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$
$D_{12}$	Coefficient de diffusion binaire de l'espèce 1 dans l'espèce 2	$m^2 \cdot s^{-1}$
$D_{app}$	Coefficient de diffusion apparent de la vapeur d'eau dans les pores	$m^2 \cdot s^{-1}$
$D_{eff}$	Coefficient de diffusion effectif de la vapeur d'eau dans l'air	$m^2 \cdot s^{-1}$
$D_M$	Coefficient de diffusion moléculaire de la vapeur d'eau dans l'air	$m^2 \cdot s^{-1}$
$D_c$	Diamètre de la conduite	m
$D_K$	Coefficient de diffusion de Knudsen	$m^2 \cdot s^{-1}$
$D_L$	Coefficient de diffusion liquide	$m^2 \cdot s^{-1}$
$d_{10}$	Diamètre du premier décan	m
$d_{50}$	Diamètre médian	m
$d_{90}$	Diamètre du dernier décan	m
$d_{[3,2]}$	Diamètre de Sauter	m
$d_{[4,3]}$	Diamètre équivalent en volume	m
$d_{BV}$	Diamètre des billes de verre	m
$d_h$	Diamètre hydraulique	m
$d_p$	Diamètre de la particule	m
$d_{pore}$	Diamètre des pores	m
$F_D$	Force de traînée	$kg \cdot m \cdot s^{-2}$
$F_g$	Débit massique humide de gaz	$kg \cdot s^{-1}$
$F_g^0$	Débit massique sec de gaz	$kg \cdot s^{-1}$
$F_m$	Ratio entre les débits massiques de solide et de gaz	-
$F_p$	Débit massique humide de solide	$kg \cdot s^{-1}$
$F_p^0$	Débit massique sec de solide	$kg \cdot s^{-1}$
$f_w$	Fugacité de l'eau	bar
$G$	Accélération centrifuge	$m \cdot s^{-2}$
$g$	Accélération de la pesanteur	$m \cdot s^{-2}$
$H_k$	Enthalpie massique de la phase k	$J \cdot kg^{-1}$
$H_{Lit}$	Hauteur d'un lit de particules	m
$H_\sigma$	Enthalpie de la matière échangée entre les phases	$J \cdot kg^{-1}$
$h$	Coefficient d'échange de chaleur convectif	$W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}$
$I_G$	Indice de mélange global d'un lit de particule	-
$I_i$	Indice de mélange de la couche "i" d'un lit	-
$I_k$	Terme source de transfert de quantité de mouvement de la phase k	$kg \cdot m^{-2} \cdot s^{-2}$
$I_u$	Indice d'uniformité	-

$K_y$	Coefficient d'échange de matière global	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$
$k_{ch}$	Coefficient d'écart à l'engorgement	-
$k_y$	Coefficient d'échange de matière convectif	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$
$l$	Libre parcours moyen d'une molécule	m
$M_k$	Masse molaire de l'espèce k	$\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$
$m_0, m_{ech}^{sec}$	Masse de l'échantillon sec	kg
$m_{BV}$	Masse d'une bille de verre	kg
$m_{BV}^T$	Masse totale d'un échantillon de billes de verre	kg
$m_{cake}$	Masse de l'échantillon de cake (humide)	kg
$m_{ech}$	Masse de l'échantillon humide	kg
$m_{eau}^{evap}(t)$	Masse d'eau évaporée à l'instant t	kg
$m_{eau}^{evap}(\infty)$	Masse totale d'eau évaporée pendant une expérience	kg
$m_{eau,g}$	Masse d'eau contenue dans l'air	kg
$m_{eau,p}$	Masse d'eau contenue dans la particule	kg
$m_g^0$	Masse d'air sec	kg
$m_p^0$	Masse de la particule sèche	kg
$m_p^{Lit}$	Masse totale des particules constituant le lit	kg
$m_T$	Masse totale de la particule humide	kg
$m_w^o$	Flux de matière échangée par évaporation	$\text{kg} \cdot \text{s}^{-1}$
$N_K$	Nombre de Knudsen	-
$\dot{N}_w$	Densité de flux d'évaporation	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$
$n$	Constante : nombre de RACs dans la fonction de transfert d'un hygromètre	-
$P$	Pression absolue du milieu	Pa
$P_c$	Pression capillaire	Pa
$P_{ref}$	Pression de référence	Pa
$p_0$	Constante égale à $0,98 \cdot 10^5$	Pa
$p^\circ(T)$	Pression de vapeur saturante à la température T	Pa
$p_{vap}$	Pression partielle de vapeur d'eau	Pa
$Q_{q \rightarrow k}$	Flux de chaleur échangée de la phase q vers la phase k	W
$Q_{evap}$	Flux de chaleur consommée par l'évaporation	W
$Q_{LF}$	Flux de chaleur consommé au préchauffeur du séchoir à lit fluidisé	W
$Q_{PLF}$	Pertes thermiques du séchoir à lit fluidisé	W
$Q_{pF}$	Pertes thermiques du séchoir pneumatique	W
$Q_{pneum}$	Flux de chaleur consommé au préchauffeur du séchoir pneumatique	W
$q$	Volume de matière sèche après l'étape de centrifugation	$\text{m}^3$
$\dot{q}$	Densité de flux de chaleur	$\text{W} \cdot \text{m}^{-2}$
$R$	Constante des gaz parfaits	$\text{J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$
$R_p$	Rayon de la particule	m
$RH$	Humidité relative de l'air	%
$r_{pore}$	Rayon des pores	m
$S$	Surface d'évaporation	$\text{m}^2$
$S^{at}$	Degré de saturation d'un agglomérat	%
$S_{BV}$	Surface externe d'une bille de verre	$\text{m}^2$
$S_{BV}^T$	Surface externe totale d'un échantillon de billes de verre	$\text{m}^2$
$s_p$	Surface spécifique d'une particule	$\text{m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$
$span$	Étalement de la distribution de tailles des particules	-

## NOMENCLATURE

---

$T_0$	Constante égale à 256	K
$T_i$	Température du solide pendant la phase de séchage à vitesse constante	K
$T_k$	Température de la phase k	K
$T_{ref}$	Température de référence	K
$t_{sec}, t_{75}, t_{50}, t_{25}$	Temps caractéristiques	s
$U_{ch}$	Vitesse superficielle d'engorgement	$m \cdot s^{-1}$
$U_k$	Vitesse de la phase k	$m \cdot s^{-1}$
$U_{mb}$	Vitesse minimale de bullage	$m \cdot s^{-1}$
$U_{mf}$	Vitesse minimale de fluidisation	$m \cdot s^{-1}$
$U_p$	Vitesse des particules	$m \cdot s^{-1}$
$U_{salt}$	Vitesse de saltation	$m \cdot s^{-1}$
$U_{sl}$	Vitesse de glissement entre les particules et le gaz	$m \cdot s^{-1}$
$U_t$	Vitesse terminale de chute libre	$m \cdot s^{-1}$
$U_{\sigma,i}$	i-ème composante de la vitesse de la matière traversant l'interface entre les phases	$m \cdot s^{-1}$
$u_{ch}$	Vitesse intersticielle d'engorgement	$m \cdot s^{-1}$
$V_{BV}$	Volume des billes de verre	$m^3$
$V_{eau}$	Volume du film d'eau entourant les billes de verre	$m^3$
$V_{Lit}$	Volume géométrique du lit de particules	$m^3$
$V_p$	Volume géométrique du grain	$m^3$
$V_s$	Volume effectif solide du grain	$m^3$
$v_s$	Vitesse de séchage	$kg \cdot s^{-1}$
$Var$	Variance d'une série de donnée	
$W_{drying}$	Débit de séchage	$kg \cdot s^{-1}$
$X$	Humidité des particules en base sèche	$kg \text{ d'eau} / kg \text{ de PVC sec}$
$X_{surf}$	Humidité surfacique	$kg \text{ d'eau} / kg \text{ de PVC sec}$
$x_{eau}$	Fraction massique en eau de la particule	$kg \text{ d'eau} / kg \text{ de PVC humide}$
$x_G$	Fraction massique du PVC dans l'ensemble du lit	-
$x_i$	Fraction massique du PVC dans la couche "i" du lit	-
$Y$	Humidité absolue de l'air	$kg \text{ d'eau} / kg \text{ d'air sec}$
$Y^{sat}, Y_i$	Humidité à saturation de l'air	$kg \text{ d'eau} / kg \text{ d'air sec}$
$Y^*$	Humidité à saturation adiabatique de l'air	$kg \text{ d'eau} / kg \text{ d'air sec}$
$Z_{lit}$	Hauteur du lit de particules	m

### Symboles grecs :

$\alpha_k$	Taux de présence de la phase k	-
$\Gamma_k$	Terme source de transfert de matière	$kg \cdot m^{-3} \cdot s^{-1}$
$\gamma_{LV}$	Tension superficielle	$N \cdot m^{-1}$
$\gamma$	Facteur de compressibilité d'une poudre	-
$\Delta H_m$	Enthalpie de mélange	$J \cdot kg^{-1}$
$\Delta H_V$	Enthalpie de vaporisation	$J \cdot kg^{-1}$
$\Delta m$	Erreur de mesure expérimentale sur la masse	%

## NOMENCLATURE

---

	d'eau évaporée	
$\Delta T$	Chute de température du lit	°C
$\delta_{eau}$	Epaisseur du film liquide	m
$\delta_c$	Epaisseur critique du film liquide	m
$\varepsilon$	Porosité d'un lit fixe	-
$\varepsilon_{ch}$	Porosité d'un lit alimenté par un gaz à sa vitesse superficielle d'engorgement	-
$\varepsilon_{mf}$	Porosité d'un lit alimenté par un gaz à sa vitesse minimale de fluidisation	-
$\lambda_k$	Conductivité thermique de la phase k	W · m <sup>-1</sup> · K <sup>-1</sup>
$\mu_k$	Viscosité dynamique de la phase k	Pa · s
$\Theta_{k,ij}$	Tenseur des contraintes visqueuses pour la phase gaz et des contraintes collisionnelles pour les phase particulières	Pa
$\theta$	Angle de contact	°
$\theta_s$	Angle de spatule	°
$\theta_t$	Angle de talus	°
$\rho_k$	Masse volumique de la phase k	kg · m <sup>-3</sup>
$\rho_{ta}$	Masse volumique tassée d'une couche de particules	kg · m <sup>-3</sup>
$\rho_{vr}$	Masse volumique en vrac d'une couche de particules	kg · m <sup>-3</sup>
$\Sigma_{k,ij}$	Tenseur effectif des contraintes	Pa
$\tau$	Tortuosité des pores	-
$\tau_{gp}^F$	Temps de relaxation des particules	s
$\tau_{RAC}$	Constante de temps associée à la fonction de transfert d'un hygromètre	-
$\tau_{RP}$	Constante de temps associée à la fonction de transfert d'un hygromètre	-
$\chi$	Porosité des particules	%
$\omega_{BV}$	Fraction de billes de verre	-

### Indices, exposants :

0	Initial, sec
BV	Billes de verre
c	critique
e	Entrée
eau	Eau liquide
g	Gaz, Phase gazeuse
h	Humide
i	i <sup>ème</sup> composante
L	Liquide
max	Valeur maximale
p	Particules, Phase solide
s	Sortie, Séchoir
w	Eau liquide

Nombres adimensionnels :

$Bi_M$	Nombre de Biot matière
$Bi_T$	Nombre de Biot thermique
$Fe$	Nombre de Fedorov
$Ga$	Nombre de Galilée
$Le$	Nombre de Lewis
$Nu$	Nombre de Nusselt
$Pr$	Nombre de Prandtl
$Re_p$	Nombre de Reynolds particulaire
$Re_{mf}$	Nombre de Reynolds au minimum de fluidisation
$Re_t$	Nombre de Reynolds terminal de chute libre
$Sc$	Nombre de Schmidt
$Sh$	Nombre de Sherwood

$$Bi_M = \frac{k_y \cdot R_p}{D_{app} \cdot \rho_g}$$

$$Bi_T = \frac{h \cdot R}{\lambda_p}$$

$$Fe = d_p \cdot \left[ \frac{4 \cdot g \cdot \rho_g^2}{3 \cdot \mu_g^2} \cdot \left( \frac{\rho_p}{\rho_g} - 1 \right) \right]^{1/3}$$

$$Ga = \frac{d_p^3 \cdot \rho_g \cdot (\rho_p - \rho_g) \cdot g}{\mu_g^2}$$

$$Le = \frac{Sc}{Pr}$$

$$Nu = \frac{h \cdot d_p}{\lambda_g}$$

$$Pr = \frac{C_p^G \cdot \mu_g}{\lambda_g}$$

$$Re = \frac{\rho_g \cdot U_{sl} \cdot d_p}{\mu_g}$$

$$Re_{mf} = \frac{d_p \cdot U_{mf} \cdot \rho_g}{\mu_g}$$

$$Re_t = \frac{d_p \cdot U_t \cdot \rho_g}{\mu_g}$$

$$Sc = \frac{\mu_g}{\rho_g \cdot D_M}$$

$$Sh = \frac{k_y \cdot d_p}{D_M}$$





Première partie

**Introduction Générale.**



---

Le but de cette partie est de présenter le procédé industriel de fabrication du PolyChlorure de Vinyle (PVC), les propriétés physiques du PVC en poudre, ainsi que les mécanismes physico-chimiques élémentaires intervenant durant le séchage thermique, dans le but d'établir des bases théoriques pour aborder le reste de cette étude. Cette partie est divisée en trois chapitres :

- Problématiques et description du procédé industriel.
- Propriétés physiques du PVC en poudre.
- Le procédé de séchage thermique

Dans le premier chapitre, nous présenterons le PolyChlorure de Vinyle, et les différents procédés d'élaboration existants. Nous nous focaliserons sur le procédé de polymérisation en suspension, utilisé par INEOS-ChlorVinyls. L'ensemble du procédé sera décrit succinctement, en particulier l'influence des paramètres opératoires de l'étape de polymérisation sur la morphologie des particules.

Le second chapitre est consacré à la détermination des propriétés physico-chimiques des particules de PVC produites par INEOS-ChlorVinyls. Ces grandeurs ont été déterminées expérimentalement dans notre laboratoire ou fournies par INEOS. Dans cette partie, on s'intéressera aux données granulométriques et texturales (porosité, distribution de tailles de pores) des particules de PVC, à l'affinité du PVC avec l'eau, aux paramètres d'écoulement, ainsi qu'aux comportements du PVC en poudre vis à vis de la fluidisation et du transport pneumatique.

Finalement, le dernier chapitre de cette partie est consacré à une synthèse bibliographique sur le séchage thermique des particules poreuses, en ciblant les objectifs vers les produits ayant un comportement semblable à celui du PVC en poudre. On décrira en détail les propriétés des séchoirs pneumatiques et à lit fluidisé (utilisés dans le procédé industriel d'INEOS-ChlorVinyls), ainsi que les mécanismes physico-chimiques élémentaires intervenant lors du séchage thermique.

---

# Chapitre 1

## Problématiques et description du procédé industriel.

### Sommaire

---

1.1	Présentation générale du PolyChlorure de Vinyle (PVC). . . .	34
1.2	Mécanismes de formation et morphologie des particules de PVC. . . . .	37
1.3	Description du procédé industriel. . . . .	40
1.3.1	Section réactionnelle. . . . .	40
1.3.2	Section de séparation. . . . .	44
	Séparation du MVC de la suspension. . . . .	44
	Séparation du PVC de la suspension. . . . .	44
1.4	Conclusion. . . . .	47

---

## 1.1. PRÉSENTATION GÉNÉRALE DU POLYCHLORURE DE VINYLE (PVC).

Le PVC est un polymère utilisé dans un grand nombre de secteurs industriels. De ce fait il fait partie des polymères les plus produits mondialement. Il existe différents procédés de fabrication, cependant, le procédé le plus répandu est le procédé de polymérisation en suspension.

Après avoir brièvement présenté le PVC, et son mécanisme de formation, on s'intéressera aux différentes étapes du procédé industriel. En effet, l'étape de polymérisation influe grandement sur la morphologie des particules générées, alors que l'étape de séchage mécanique (centrifugation) joue un rôle sur l'humidité du PVC en entrée du séchoir pneumatique. Il est donc important de bien comprendre le fonctionnement de ces étapes, afin d'optimiser le fonctionnement de l'étape de séchage thermique intervenant à la fin du procédé.

### 1.1 Présentation générale du PolyChlorure de Vinyle (PVC).

Le PolyChlorure de Vinyle (PVC) est un polymère produit par la polymérisation radicalaire du MonoChlorure de Vinyle (MVC), suivant la réaction suivante (Figure 1.1) :

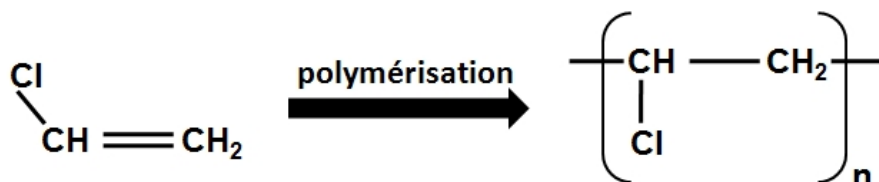


FIGURE 1.1 – Réaction de polymérisation du MVC.

Cette réaction est fortement exothermique : l'enthalpie de polymérisation est de -97,6 kJ/mol (Dorobantu, 2012). Le contrôle de la température de réaction est donc une des problématiques des procédés de fabrication du PVC.

La production du PVC a commencé pendant la première moitié du XXème siècle en Allemagne et aux États-unis, avant de se développer dans le reste de l'Europe et au Japon à partir des années 60. Du fait de ses bonnes propriétés physiques et mécaniques et de son faible coût de production, le PVC fait partie des trois polymères les plus utilisés dans le monde (avec les polyéthylènes et les polypropylènes). En 2002, la production annuelle mondiale de PVC a atteint les 32 400 kt (6 500 kt pour l'Union Européenne). Ce matériau est extrêmement polyvalent, il peut s'adapter à un grand nombre d'applications que ce soit dans le bâtiment (profilés de fenêtres, tuyaux et raccords, câbles électriques, ...), l'automobile (tableaux de bords, ...), l'emballage (films, capsulages, ...), le milieu hospitalier (gants, ...) ou la vie quotidienne (carte de crédit, chaussures, ...). La Figure 1.2 montre la répartition des applications du PVC en Europe durant l'année 2006.

La réaction de polymérisation peut s'effectuer suivant quatre différents types de procédés (Saeki and Emura, 2002). Ces procédés diffèrent par les solutions choisies pour contrôler le dégagement de chaleur de la réaction, c'est à dire par la nature du milieu absorbant l'énergie.

- Le procédé de polymérisation en masse : simple à mettre en œuvre, il présente l'avantage de n'utiliser que du monomère et des initiateurs, ce qui permet d'obtenir un produit de grande pureté.

- Le procédé de polymérisation en émulsion : le monomère est dispersé dans un solvant (généralement de l'eau) contenant un émulsifiant. Ce procédé nécessite de séparer l'émulsifiant, piégé dans le polymère.
- Le procédé de polymérisation en solution : le monomère est dissous dans un solvant généralement organique. Cependant, ce procédé est peu utilisé dans l'industrie et réservé à des produits à haute valeur ajoutée car la séparation entre le solvant organique et le polymère est difficile à réaliser.
- Le procédé de polymérisation en suspension : le MVC est mis en suspension dans l'eau grâce à des agents de surface et à un système d'agitation mécanique. Les gouttelettes de MVC se comportent alors comme des réacteurs de polymérisation en masse. Ce procédé nécessite, par la suite, de séparer le monomère résiduel piégé dans la matrice solide et d'éliminer l'eau du mélange réactionnel. Ce procédé est le plus largement utilisé dans l'industrie car il permet de bien contrôler la taille des particules de PVC produites.

Le choix du procédé de polymérisation est donc primordial car il va définir la pureté maximale ainsi que les propriétés physiques (tailles des particules, porosité, ...) du PVC produit. Par exemple, pour obtenir un PVC transparent il est plus intéressant d'utiliser la polymérisation en masse ou en suspension car ces procédés permettent d'avoir une meilleure pureté que les polymérisations en émulsion et en solution.

Le Tableau 1.1 (Zimmermann, 1996) résume la répartition des différents types de procédés dans le monde, aux Etats-Unis, et au Japon. On voit que le procédé de polymérisation en suspension est le plus largement utilisé, car il permet de mieux contrôler la morphologies des particules et donc d'adapter les propriétés du PVC à son utilisation finale. Par exemple, un PVC poreux aura tendance à bien absorber les plastifiants, il sera donc utilisé pour des applications flexibles. Alors qu'un PVC plus dense et moins poreux sera plus adapté pour des applications rigides.

Tableau 1.1 – Répartition des procédés de polymérisation du PVC (%) (Zimmermann, 1996).

	Monde	USA	Japon
Polymérisation en masse	8	10	0
Polymérisation en émulsion	12	12	2
Polymérisation en solution	0	0	0
Polymérisation en suspension	80	78	98

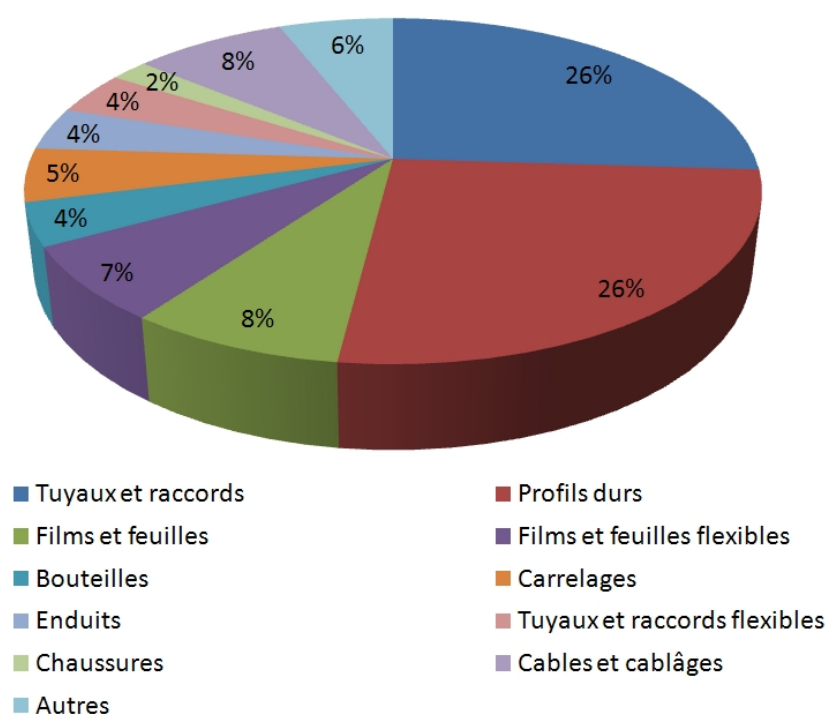


FIGURE 1.2 – Utilisation industrielle de la production de PVC en Europe (2006).



## 1.2 Mécanismes de formation et morphologie des particules de PVC.

Le PVC étant insoluble dans le MVC, il précipite dès le début de la polymérisation, ce qui donne aux particules une structure particulière, représentée sur la Figure 1.3. Jusqu'à la fin des années 70, la nomenclature pour décrire une particule de PVC était aussi variée que les études menées sur ce polymère. Pour harmoniser les études, Geil (1977) proposa une nomenclature standard qui fut complétée plus tard par Allsopp et al. (1981). Le nom et l'origine des différents éléments d'une particule, représentés sur la Figure 1.3, sont résumés dans le Tableau 1.2.

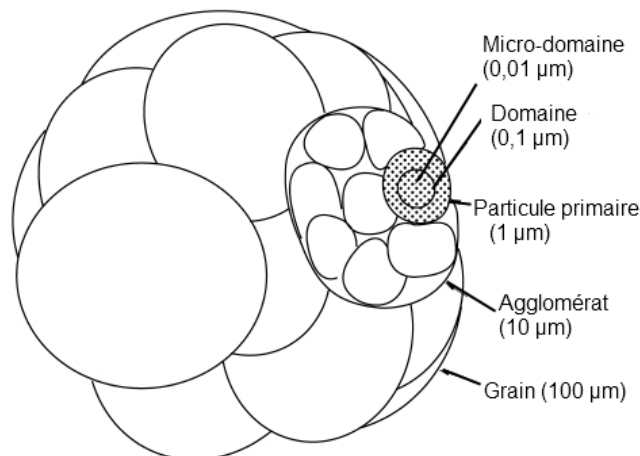


FIGURE 1.3 – Structure d'une particule de PVC (Saeki and Emura, 2002).

Cette structure s'explique par le mécanisme de formation des grains de PVC qui se déroule en trois étapes (Allsopp et al., 1981) :

- Nucléation :

Les radicaux primaires formés par la décomposition de l'amorceur réagissent rapidement avec les molécules de monomère pour donner des macromolécules de PVC qui sont insolubles dans la phase de monomère. L'aggrégation des chaînes de polymères conduit à la formation de micro-domaines instables ayant un diamètre compris entre 10 et 20 nm. Ces micro-domaines peuvent se trouver à l'interface monomère/eau et participer à la stabilisation des gouttelettes de monomère.

- Croissance :

Les micro-domaines s'agrègent rapidement à cause de leur stabilité très limitée et forment des domaines, qui, à leur tour, forment des particules primaires. Les particules primaires forment une suspension colloïdale stable dans le monomère. Cette stabilité vient des charges électrostatiques négatives qu'elles portent et qui sont supposées venir des ions chlorures absorbés à l'interface MVC/PVC. Dans les premières étapes de la polymérisation, les particules primaires grossissent en englobant les micro-domaines instables.

## 1.2. MÉCANISMES DE FORMATION ET MORPHOLOGIE DES PARTICULES DE PVC.

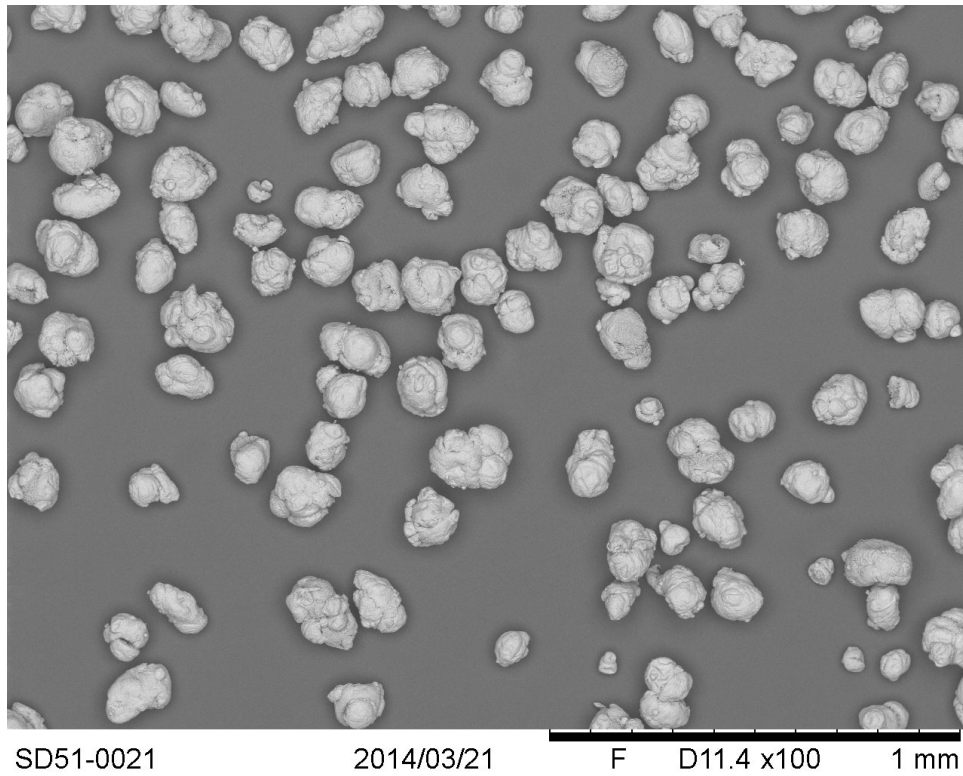
- Agrégation :

Les particules primaires commencent à s'agréger et à former un réseau polymérique continu dans la goutte de monomère, appelé agrégat. Les particules primaires et les agrégats continuent à grossir dans la gouttelette de monomère jusqu'à la disparition complète du monomère. Les agrégats et les particules primaires fusionnent pour donner le sous grain de PVC qui correspond à la gouttelette de MVC polymérisée. Un grain de PVC, composé d'au moins un sous grain, a une taille comprise entre 50 et 250  $\mu\text{m}$ .

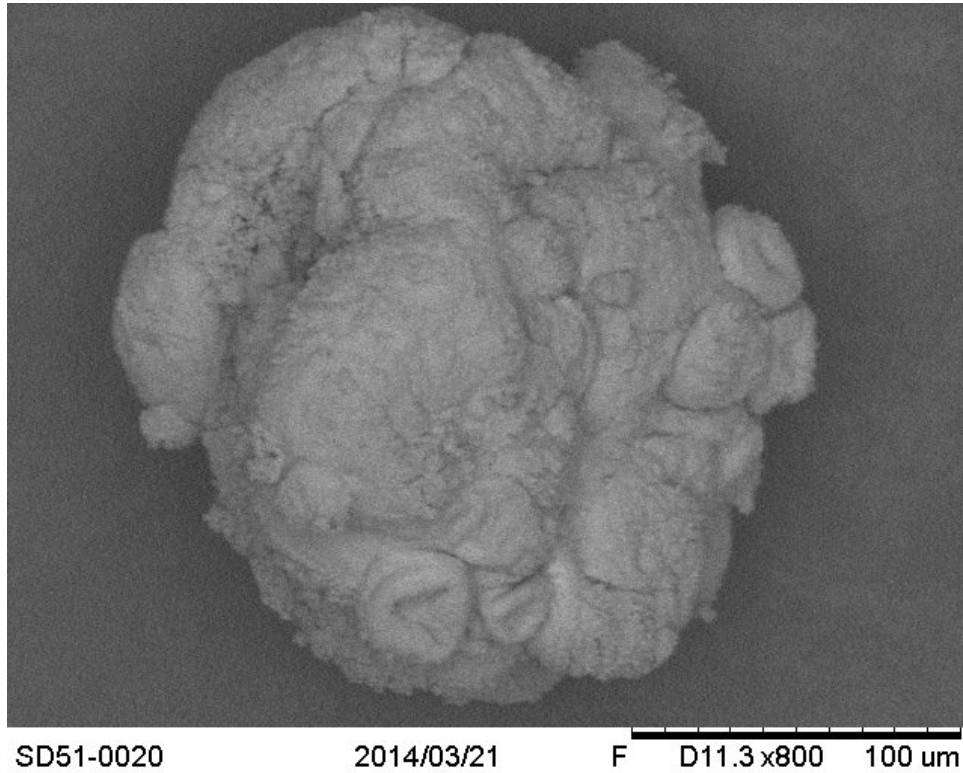
Tableau 1.2 – Nomenclature employée pour décrire une particule de PVC.

Nomenclature	Taille moyenne ( $\mu\text{m}$ )	Origine
Grain	100 - 130	Provient de plus d'une gouttelette de monomère.
Sous-grain	40	Gouttelette de monomère polymérisée.
Agglomérat	10	Formé au début de la polymérisation par coalescence de particules primaires.
Particule primaire	1	Formée à basse conversion par coalescence de domaines.
Domaine	0.1	Noyau des particules primaires. Plus observable en fin de polymérisation.
Micro-domaine	0.01	Agrégat de chaînes de polymère.

La Figure 1.4 présente des photos prises au microscope à balayage électronique du PVC produit par INEOS-ChlorVinyls. La structure décrite ci-dessus, notamment la présence d'agglomérats et de particules primaires, apparaît clairement sur ces photos.



(a) Vue d'ensemble.



(b) Vue d'une particule isolée.

FIGURE 1.4 – Photos de grains de PVC prises au microscope à balayage électronique.

### 1.3 Description du procédé industriel.

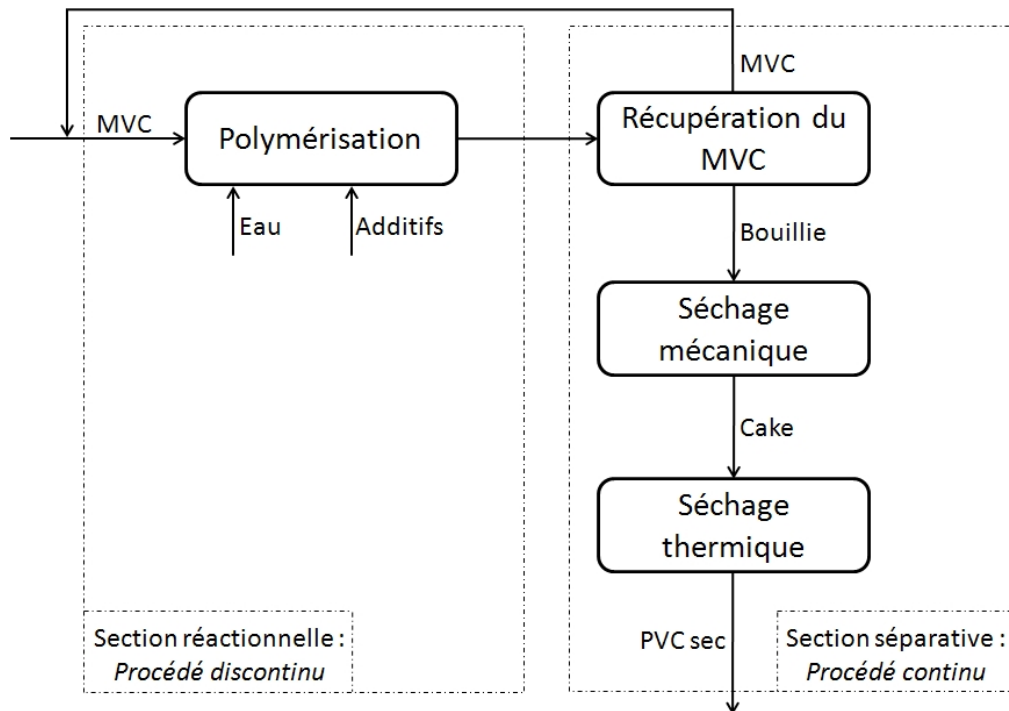


FIGURE 1.5 – Schéma général du procédé de production de PVC en poudre par polymérisation en suspension.

Le Groupe INEOS-ChlorVinyls France produit du PVC selon le procédé de polymérisation en suspension. Comme expliqué précédemment, ce procédé permet de contrôler avec une bonne précision la morphologie des particules de PVC (tailles des particules, porosité, ...). En adaptant la recette de polymérisation, il est donc possible de produire du PVC aux propriétés physiques variées, destiné à différentes applications (voir Figure 1.2). On parle alors de différents grades de PVC. INEOS-ChlorVinyls produit huit grades de PVC différents, et afin d'avoir plus de souplesse dans la production, l'usine comprend quatre lignes de productions, quasiment identiques, fonctionnant simultanément. La Figure 1.5 présente un schéma général du procédé industriel, chaque ligne de production peut être séparée en deux sections :

- La section réactionnelle, fonctionnant en discontinu.
- La section séparative, fonctionnant en continu.

#### 1.3.1 Section réactionnelle.

Chaque ligne de production est équipée de cinq ou six réacteurs d'environ 50 m<sup>3</sup> équipés d'un système d'agitation mécanique (pales) et d'une double enveloppe fonctionnant en discontinu (Lamourette, 2000). A pression atmosphérique la température d'ébullition du MVC est de -13,4°C, les réacteurs de polymérisation sont donc sous pression afin qu'une partie du MVC soit à l'état liquide, le MVC en excès reste dans le ciel gazeux du réacteur.

Pour réaliser la réaction de polymérisation, différents additifs sont introduits dans le mélange réactionnel avant l'introduction du monomère :

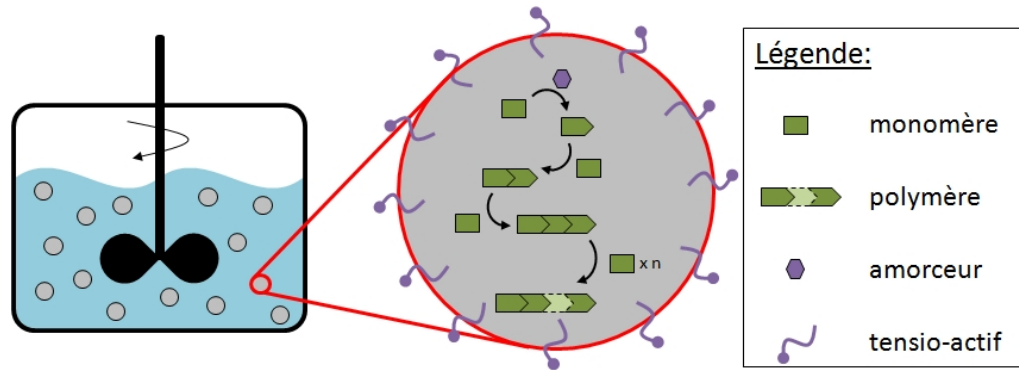


FIGURE 1.6 – Gouttelette de monomère formant un réacteur de polymérisation en masse.

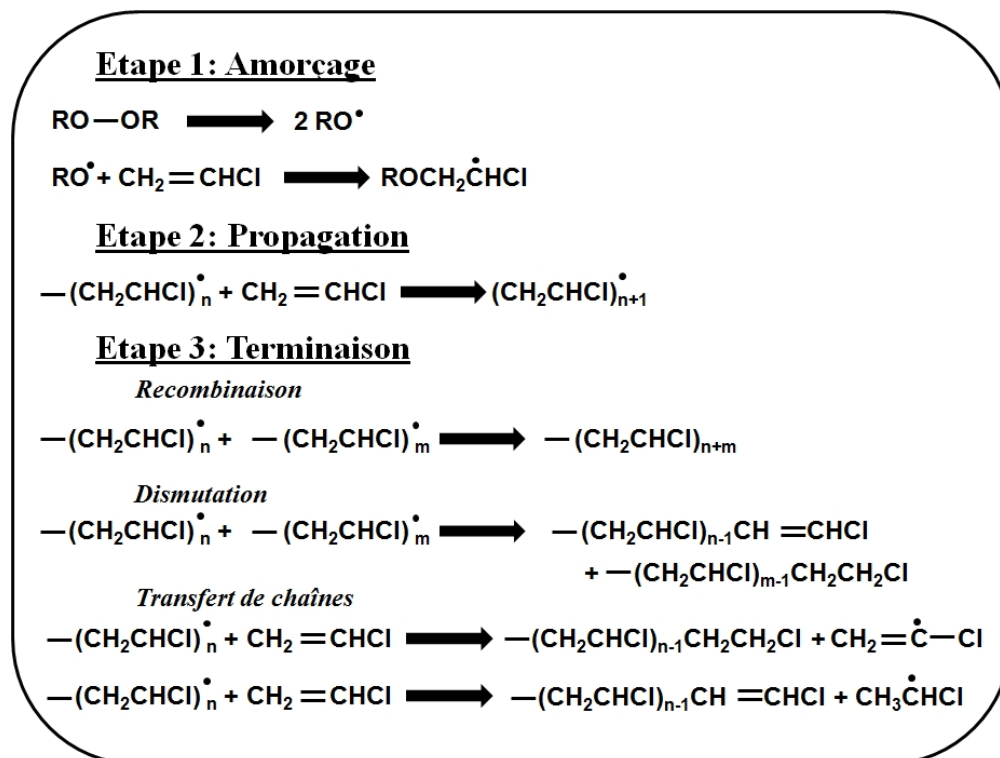


FIGURE 1.7 – Mécanisme radicalaire de la polymérisation du PVC.

- Des agents de suspension : généralement des tensio-actifs, possédant une tête hydrophile et une queue hydrophobe. Sous l'effet de l'agitation du réacteur, ces tensio-actifs vont permettre de former des gouttelettes de monomère. Les gouttelettes de monomère ainsi formées se comportent comme des micro-réacteurs de polymérisation en masse (Figure 1.6)
- Des amorceurs : comme la réaction de polymérisation du PVC suit un mécanisme radicalaire (Figure 1.7), un amorceur doit être introduit en début de réaction pour créer les radicaux.

Enfin, un agent de terminaison (généralement un antioxydant) est introduit dans le réacteur une fois le taux de conversion souhaité atteint, pour éliminer les radicaux et stopper la réaction. De plus, les réacteurs sont équipés de divers systèmes de sécurité classiques (disque de rupture, soupape, ...) et d'un réservoir de "tueur". Il s'agit d'un agent de terminaison fortement concentré permettant de stopper instantanément la réaction en cas

d'emballlement.

Les réacteurs effectuent des cycles de huit heures, qui peuvent être décomposés en quatre étapes principales :

- Chargement du réacteur : introduction de l'eau, des agents de suspension, de l'amorceur, et du MVC dans le réacteur.
- Amorçage de la réaction : formation de la suspension eau/MVC par agitation (gouttelettes de MVC) et chauffe du mélange réactionnel jusqu'à la température de polymérisation.
- Polymérisation à température constante : contrôle de la température et de la pression du réacteur jusqu'à un taux de conversion d'environ 70%.
- Terminaison : arrêt de la réaction, vidange du réacteur et récupération du MVC non converti.

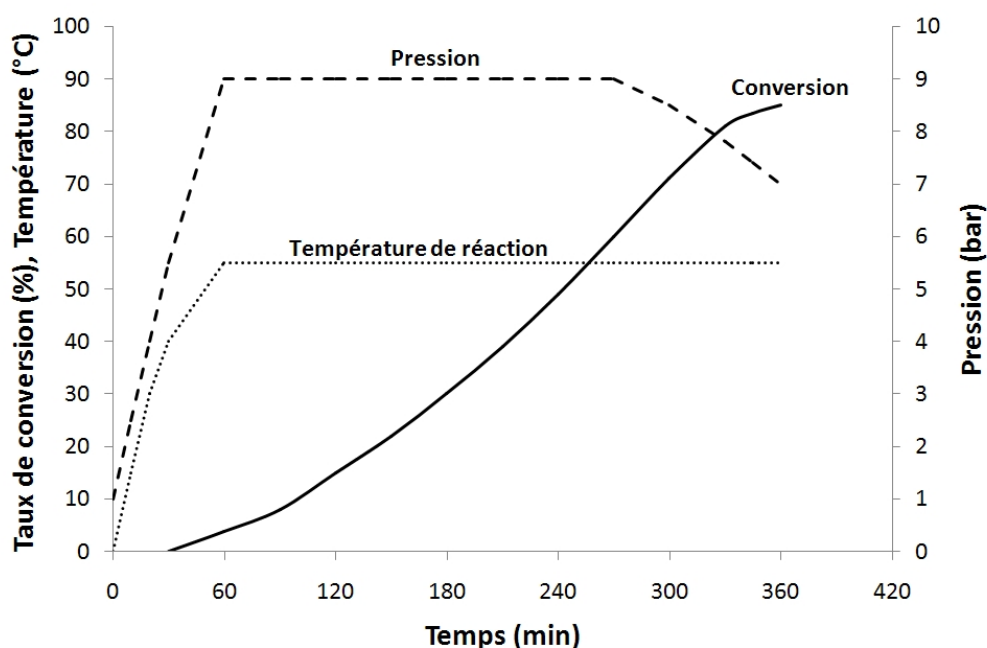


FIGURE 1.8 – Profils de température, pression et du taux de conversion d'un réacteur de polymérisation en suspension. (Saeki and Emura, 2002)

Le procédé est contrôlé par la mesure de la température et de la pression du réacteur. Les évolutions de la température, de la pression et du taux de conversion sont représentées sur la Figure 1.8. La température du milieu réactionnel doit rester constante et égale à la température de polymérisation. Pour ce faire, de l'eau chaude est introduite dans la double enveloppe pendant la phase d'amorçage pour chauffer le mélange réactionnel, alors que, une fois la polymérisation amorcée, de l'eau froide circule dans cette double enveloppe afin d'évacuer la chaleur de réaction et de maintenir constante la température du réacteur. La pression augmente avec la température et reste constante durant la polymérisation jusqu'à un taux de conversion de 60-70%. Lorsque tout le MVC présent dans la suspension est consommé, le MVC du ciel gazeux est alors transféré vers la phase liquide ce qui entraîne une baisse de pression du réacteur. Ce type de procédé peut alors atteindre des taux de conversion avoisinant les 90%.

Ce procédé de polymérisation exige une parfaite maîtrise de l'ensemble des paramètres

opératoires. En effet, les propriétés morphologiques des grains de PVC dépendent fortement des conditions de polymérisation :

- Température de polymérisation :

Des observations au microscope électronique à balayage de particules de PVC obtenues à différentes températures ont montré que la température de polymérisation avait peu d'influence sur la taille des particules de PVC, alors qu'elle influence directement leur porosité (Bao and Brooks, 2002). En effet, une particule de PVC est composée d'un agglomérat de particules primaires, et une augmentation de la température de polymérisation va favoriser l'agglomération de ces particules primaires. De plus une haute température va favoriser la réaction de transfert de chaîne par rapport à la réaction de propagation (Figure 1.7), ce qui diminue la masse molaire moyenne des grains de PVC. Les particules de PVC sont d'autant plus denses que la température de polymérisation est élevée.

- Vitesse et temps d'agitation :

L'agitation du réacteur de polymérisation a deux rôles : disperser les gouttelettes de monomère et améliorer l'évacuation de la chaleur de réaction. L'agitation seule ne permet pas de contrôler parfaitement la taille des particules, la présence d'agent de suspension est indispensable. Cependant, des études menées sur ce paramètre, (Zerfa and Brooks, 1996a) et (Zerfa and Brooks, 1996c), ont montré qu'une augmentation de la vitesse d'agitation diminue la taille des gouttelettes de MVC et donc des particules de PVC. De plus, une forte vitesse d'agitation a tendance à resserrer la distribution de taille des particules. Ces études ont montré que l'agitation devait être maintenue durant 30 minutes afin d'assurer un équilibre dynamique entre les phénomènes de rupture et de coalescence des gouttelettes de MVC. En effet, l'interface eau/MVC est rapidement saturée en PVA (environ 5 minutes) mais la stabilité des gouttelettes de MVC n'est atteinte qu'après 30 minutes (Zerfa and Brooks, 1998). Ceci est dû au fait que les agents de suspension diffusent rapidement dans le mélange eau/MVC, alors que leur réarrangement est plus long.

- Fraction volumique du monomère dans la suspension :

La distribution de taille des particules de PVC et leur diamètre moyen sont fortement influencés par la fraction volumique de MVC. En effet, plus la quantité de MVC introduit est importante plus les gouttelettes de MVC auront tendance à coalescer, ce qui entraîne un élargissement de la distribution de tailles de particules (Zerfa and Brooks, 1996b).

- Fraction massique des agents de suspension :

La taille des particules de PVC est fortement dépendante de la nature de l'agent de suspension utilisé. Les agents de suspension généralement utilisés sont des alcools polyvinyliques (PVA) hydrosolubles. Ces polymères possèdent une partie hydrophobe et une partie hydrophile, ce qui leur permet de s'adsorber à l'interface MVC/eau et d'améliorer la stabilisation des gouttelettes de MVC. Le rôle de ces agents est d'abaisser la tension interfaciale afin de réduire l'apport d'énergie nécessaire à la formation des gouttelettes de MVC. Plus la tension interfaciale est faible, plus la taille de ces gouttelettes sera faible.

- Méthode d'addition de l'ammorceur :

La méthode d'addition de l'amorceur a un effet important sur l'uniformité des particules de PVC (Zerfa and Brooks, 1997). Si l'amorceur est préalablement dissous dans le monomère, la polymérisation aura lieu uniformément dans chaque goutte de monomère, et les particules obtenues auront une forme homogène. Au contraire, si l'amorceur est d'abord dispersé dans l'eau, les particules auront des formes hétérogènes. De plus, le taux de conversion est généralement plus important lorsque l'amorceur est dissous dans le monomère.

A ce stade du procédé les particules de PVC sont en état de suspension dans l'eau de réaction (eau distillée + agents de suspension) appelée bouillie.

#### 1.3.2 Section de séparation.

Le but de cette partie du procédé est d'éliminer le MVC n'ayant pas réagi et de séparer les particules solides de PVC de la phase aqueuse.

##### **Séparation du MVC de la suspension.**

La majeure partie du MVC est éliminée par plusieurs séparateurs Flash gaz/liquide. Ces séparations sont effectuées directement dans le réacteur ou dans les bacs tampons nécessaires au passage du procédé discontinu au continu. Finalement, le MVC résiduel est éliminé dans une étape de stripping à la vapeur d'eau permettant de capter à la fois le MVC dissout dans l'eau et le MVC piégé dans la matrice solide. Le MVC, ainsi récupéré, est purifié et réutilisé dans une ligne de production dédiée au MVC recyclé.

##### **Séparation du PVC de la suspension.**

La séparation solide-liquide s'effectue en deux étapes distinctes :

- Le séchage mécanique, effectué par centrifugation, permet d'éliminer la majeure partie de l'eau. A la fin de cette étape, on obtient une poudre humide, très cohésive, appelée "cake" (gâteau).
- **Le séchage thermique élimine l'eau résiduelle présente en surface et contenue dans les grains. C'est sur cette étape que se concentre le travail de recherche que nous avons effectué.**

◇ Séchage mécanique :

Les centrifugeuses utilisées par INEOS-ChlorVinyls sont de type Humboldt-Bird (Figure 1.9). Elle sont alimentées par de la bouillie (suspension d'eau et de particules de PVC) contenant 30% de PVC solide. La centrifugeuse est constituée d'un bol et d'une vis sans fin en rotation. La vitesse de rotation du bol et de l'ordre de 2000 tr/min et la vitesse relative entre le bol et la vis est de l'ordre de 50 tr/min. La bouillie est introduite par l'axe de la vis et l'eau est évacuée par l'arrière de la centrifugeuse, tandis que la vitesse relative entre le bol et la vis permet d'entraîner les particules de PVC le long de la centrifugeuse.



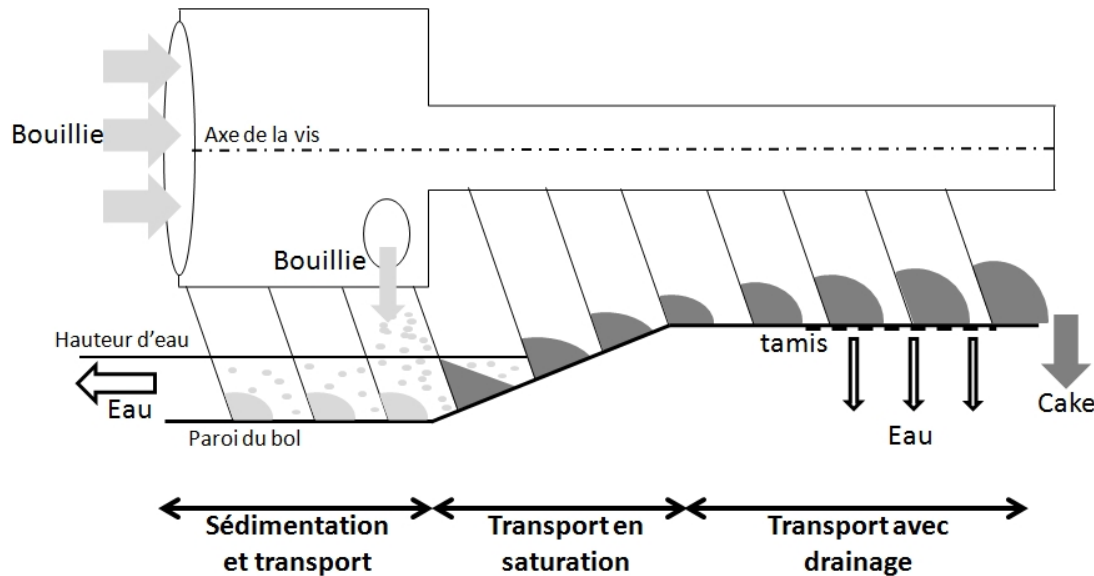


FIGURE 1.9 – Vue en coupe d'une centrifugeuse.

En sortie de centrifugeuse, le mélange passe à travers un tamis permettant d'éliminer une quantité d'eau supplémentaire. Le mélange passe donc d'un état de suspension à un état de particules humides, très cohésives, contenant entre 70 et 80% de PVC (Degenhardt, 1997). Le but du procédé de centrifugation est d'abaisser au maximum la teneur en eau du PVC avant le procédé de séchage thermique.

Selon Rabia (2008), la centrifugeuse peut être divisée en trois zones (Figure 1.9) :

- **Sédimentation et transport** : Au niveau de l'axe de la vis, la suspension est très diluée et transportée vers l'arrière par le flux d'eau entre l'axe de la vis et la paroi du bol. Par contre lorsqu'elle est proche des parois, la suspension est très concentrée (sédimentée), et entraînée vers l'avant de la centrifugeuse par la vis.
- **Transport en saturation** : dans cette zone conique il n'y a plus de particules en suspension, la concentration solide est maximale, et les sédiments sont transportés par la vis vers la dernière zone.
- **Transport avec drainage** : dans cette zone l'eau interstitielle est drainée par le tamis ; on parle alors de particules humides (cake) et non plus de suspension. La teneur en eau du cake varie de 20 à 30% suivant le grade produit.

Une étude interne réalisée sur une mini-centrifugeuse équivalente aux centrifugeuses installées sur le site industriel a permis d'optimiser les paramètres opératoires de l'étape de centrifugation (Kremers, 1980) :

- Vitesse de rotation du bol :  
Une augmentation de la vitesse de rotation du bol (de 1600 à 2000 tr/min) permet de réduire l'humidité du cake de 3%. Cependant, une trop forte augmentation de cette vitesse entraîne des vibrations de l'appareil nuisibles à la stabilité du procédé.
- Vitesse relative entre le bol et la vis :  
Une augmentation de la vitesse relative entre le bol et la vis entraîne deux effets : une diminution du temps de séjour réduisant l'efficacité de la centrifugation, et, à l'opposé, une augmentation de la force centrifuge subie par le solide améliorant

l'élimination de l'eau. Ces deux effets ont tendance à se compenser, ce qui rend l'influence de ce paramètre difficile à évaluer. En pratique, on observe qu'une augmentation de cette vitesse relative permet de réduire légèrement la teneur en eau du cake en sortie.

- Température de la bouillie :

Une augmentation de la température de la bouillie permet de réduire l'humidité du cake en sortie. En effet, la viscosité de l'eau et la tension de surface de l'eau diminuent avec la température, ce qui permet une meilleure évacuation. De plus, la tension de vapeur saturante sera plus importante ce qui permet de favoriser l'évaporation de l'eau en surface et dans les pores (phénomène de séchage thermique, voir Chapitre 3 page 71). Cependant une augmentation de la température de bouillie entraîne des risques de corrosion plus importants.

- Débit de la bouillie :

Une augmentation du débit de bouillie a tendance à augmenter l'humidité du cake en sortie. De plus, un débit de bouillie important entraîne une instabilité du procédé et des fluctuations de l'humidité du cake durant une même expérience. Il est donc conseillé d'utiliser plusieurs centrifugeuses en parallèle pour augmenter le débit de bouillie à traiter.

- Concentration en solide de la bouillie :

Une modification de la concentration en solide de la bouillie entre 10 et 40% n'a pas d'effet sur l'humidité du cake en sortie.

Cette étude a montré que les sédiments non saturés en eau entraînent une augmentation anormale du couple et de l'endommagement des filets de la vis sans fin. Afin de réduire les coûts de maintenance des centrifugeuses, Rabia (2008) propose donc d'augmenter la teneur en eau du cake. Cependant, ceci entraîne une augmentation de la quantité d'énergie à apporter lors de l'étape de séchage thermique. Il est donc nécessaire de trouver un compromis dans les paramètres opératoires afin de minimiser à la fois les coûts de maintenance de la centrifugation et la consommation énergétique du procédé de séchage thermique.

◇ Séchage thermique :

Tableau 1.3 – Données géométriques et opératoires des séchoirs pneumatique et à lit fluidisé

	Séchoir pneumatique	Séchoir à lit fluidisé
Diamètre (m)	1,6	5,5
Diamètre d'alimentation (m)	0,7	∅
Hauteur (m)	22	1,9
Débit d'air chaud ( $\text{kg} \cdot \text{h}^{-1}$ )	54 000	8 000
Débit d'air ambiant ( $\text{kg} \cdot \text{h}^{-1}$ )	∅	500
Température de l'air chaud ( $^{\circ}\text{C}$ )	180 - 200	60 - 70

Le séchage thermique est réalisé en deux étapes en série : l'élimination de la quasi-totalité de l'eau dans un séchoir pneumatique (ou Flash), et, l'élimination de l'eau résiduelle dans un séchoir à lit fluidisé.

En sortie de centrifugeuse, le cake est transporté dans le séchoir pneumatique par le biais d'un tapis vibrant et d'une vis sans fin. Le séchoir pneumatique est alimenté par un fort

débit d'air (environ 40 à 54 t/h) à des températures comprises entre 180 et 200°C. La section d'entrée est réduite afin d'augmenter la vitesse de l'air et de favoriser la dispersion du cake dans le séchoir. Le temps de séjour des particules dans ce séchoir, environ une seconde, et les conditions opératoires imposées permettent d'éliminer entre 80 et 95% de l'humidité du cake (essentiellement de l'eau libre) tout en maintenant la température des particules à des valeurs inférieures à 70°C, température à laquelle la décomposition du PVC s'amorce. En sortie, les particules de PVC sont séparées du flux d'air par deux cyclones installés en parallèle.

Le PVC est alors introduit au centre d'un séchoir à lit fluidisé en spirale, alimenté par un débit d'air d'environ 8 t/h chauffé entre 60 et 70°C. Le rôle de ce séchoir est d'éliminer l'humidité résiduelle des particules de PVC, et d'uniformiser leur traitement thermique. Les particules ainsi séchées sont envoyées à l'atelier de stockage par transport pneumatique. Les données géométriques et opératoires des deux séchoirs sont résumées dans le Tableau 1.3, et le fonctionnement précis de ces types de séchoirs sera décrit dans le Chapitre 3 page 71.

Au vu des paramètres opératoires, il est facile de comprendre que ce procédé de séchage est très énergivore, notamment le séchoir pneumatique, ainsi, les objectifs de ce travail sont :

- d'étudier la cinétique de séchage à l'échelle du grain,
- de proposer des lois cinétiques pour le séchage du PVC,
- d'élaborer des modèles de simulations pour séchoirs industriels,
- d'optimiser le fonctionnement de ces séchoirs pour réduire la consommation énergétique du procédé.

## 1.4 Conclusion.

La production de PVC en poudre par polymérisation en suspension est un procédé très répandu dans le monde. L'étape de réaction a fait l'objet de nombreuses études et est bien maîtrisée. Dans le but d'optimiser les coûts de production, il faut maintenant fournir un effort sur les différentes étapes de séparation, notamment le séchage thermique des particules.



## Chapitre 2

# Caractérisation des particules de PVC. Propriétés physiques, physico-chimiques, et écoulement du PVC en poudre.

### Sommaire

---

<b>2.1 Propriétés morphologiques et texturales des particules de PVC.</b>	<b>50</b>
2.1.1 Propriétés granulométriques. . . . .	50
2.1.2 Propriétés texturales des grains de PVC : porosité et distribution de tailles de pores. . . . .	52
<b>2.2 Propriété physico-chimiques et thermodynamiques du PVC. .</b>	<b>56</b>
2.2.1 Définition : Nature de l'eau dans un corps humide. . . . .	56
2.2.2 Equilibres thermodynamiques (adsorption) des différents grades de PVC en poudre. . . . .	57
2.2.3 L'eau capillaire . . . . .	58
<b>2.3 Propriétés d'écoulement du PVC en poudre. . . . .</b>	<b>61</b>
2.3.1 Paramètres d'écoulement du PVC en poudre : cohésivité et coulabilité. . . . .	61
<b>2.4 Vitesses caractéristiques. . . . .</b>	<b>63</b>
2.4.1 Transport pneumatique du PVC en poudre : écoulement en phase diluée et vitesses caractéristiques. . . . .	66
<b>2.5 Conclusion. . . . .</b>	<b>69</b>

---

## 2.1. PROPRIÉTÉS MORPHOLOGIQUES ET TEXTURALES DES PARTICULES DE PVC.

Dans ce chapitre, nous avons rassemblé un ensemble de données portant sur la détermination :

- des propriétés morphologiques et texturales du PVC en poudre : distribution de taille de particule, porosité, distribution de tailles de pores, tortuosité, et masse volumique du grain,
- des propriétés physico-chimiques et thermodynamiques : l’affinité du PVC vis à vis de l’eau, les équilibres de sorptions de la vapeur d’eau sur les différents grades de PVC,
- des propriétés d’écoulement : la compressibilité, la fluidisabilité, et la coulabilité du PVC,
- des vitesses caractéristiques : vitesses minimale de fluidisation et minimale de bullage, la vitesse maximale de fluidisation, la vitesse d’engorgement et la vitesse de saltation.

Les trois premières vitesses caractéristiques ne dépendent que des propriétés des particules solides et de celles du gaz. Alors que les deux dernières, en dehors des propriétés intrinsèques solide-gaz, dépendent aussi du débit massique volumique de solide.

## 2.1 Propriétés morphologiques et texturales des particules de PVC.

### 2.1.1 Propriétés granulométriques.

L’étude est réalisée sur les différents grades de PVC fournis par INEOS-ChlorVinyls. Les mesures granulométriques sont effectuées au Laboratoire de Génie Chimique de Toulouse par granulométrie laser en voie sèche (MALVERN Mastersizer 2000 - Module Scirocco 2000). La Figure 2.1 représente les distributions granulométriques de quatre grades de PVC étudiés. Deux grandeurs sont utilisées pour caractériser la distribution de taille :

- la taille médiane  $d_{50}$ , définit comme l’ouverture théorique du tamis qui laisserait passer juste 50% de la taille totale du produit,
- le coefficient de variation, ou span, qui exprime l’écart par rapport à l’uniformité, ou le resserrement granulométrique autour du diamètre médian :

$$span = \frac{d_{90} - d_{10}}{d_{50}}. \quad (2.1)$$

$d_{90}$  et  $d_{10}$  sont les ouvertures théoriques des tamis qui laisseraient passer respectivement 90% et 10% de la masse totale.

Lorsque l’on désire donner de l’importance à la surface des particules, on définit leur diamètre moyen par l’expression :

$$d_{[3,2]} = \frac{100}{\sum \frac{X_i}{d_{p_i}}}. \quad (2.2)$$

$d_{[3,2]}$ , est le diamètre moyen surface/volume ou le diamètre de Sauter. Il permet d’assimiler un lot de particules hétérogènes en tailles, comme un lot homogène en taille en respectant leurs surfaces spécifiques.

Lorsque l’on désire donner de l’importance au volume des particules, on définit leur diamètre moyen par :

$$d_{[4,3]} = \sum X_i \cdot d_{p_i}. \quad (2.3)$$

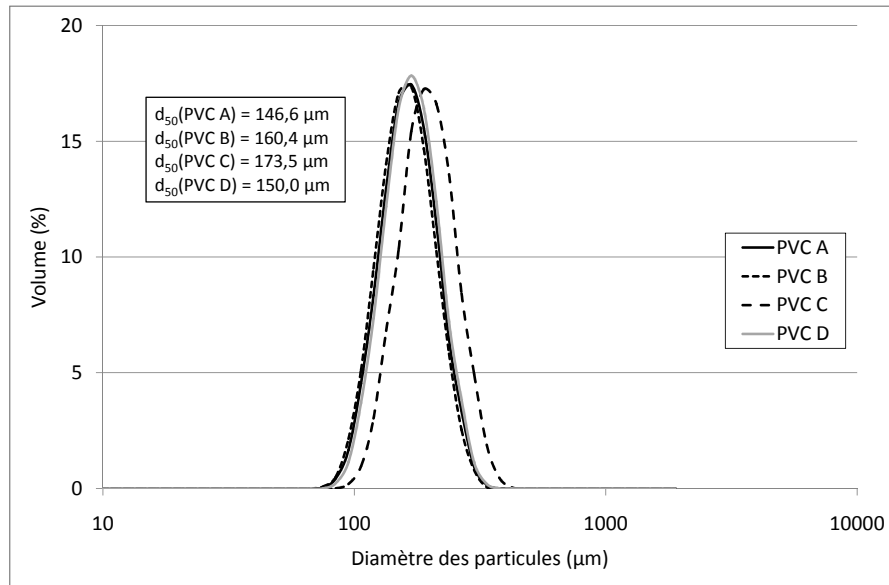


FIGURE 2.1 – Distribution granulométrique de quatre grades de PVC produit par INEOS-ChlorVinyls.

Tableau 2.1 – Tailles caractéristiques de quatre grades de PVC mesurées par le granulomètre MALVERN Mastersizer 2000 avec le module Scirocco 2000.

	PVC A	PVC B	PVC C	PVC D
$d_{50}$ ( $\mu m$ )	146,6	160,4	173,5	150,0
$d_{10}$ ( $\mu m$ )	105,6	116,1	124,5	108,9
$d_{90}$ ( $\mu m$ )	202,5	221,9	240,9	206,3
Span (-)	0,661	0,660	0,671	0,649
$d_{[3,2]}$ ( $\mu m$ )	142,0	155,5	168,0	145,5
$d_{[4,3]}$ ( $\mu m$ )	151,2	165,6	179,2	154,6

$d_{[4,3]}$  correspond au diamètre moyen pondéré, il permet d'assimiler les particules à des sphères de volumes équivalents.

Les résultats de l'analyse granulométrique, présentés dans le Tableau 2.1, montrent que les différents grades de PVC étudiés ont le même étalement de distribution de tailles (d'environ 0,65). Par ailleurs, l'observation au MEB de différents grades de PVC confirme cette dernière constatation (Figure 2.2).

De plus l'observation de la Figure 2.1 et du Tableau 2.1 montre que les grades de PVC A, B, et D ont les mêmes propriétés granulométriques, avec un diamètre de Sauter compris entre 142 et 155  $\mu m$ , alors que le grade C a un diamètre plus élevé.

A partir de ces résultats, on peut classer les différents grades par leur diamètre de Sauter croissant :

$$\text{PVC A} < \text{PVC D} < \text{PVC B} < \text{PVC C}.$$

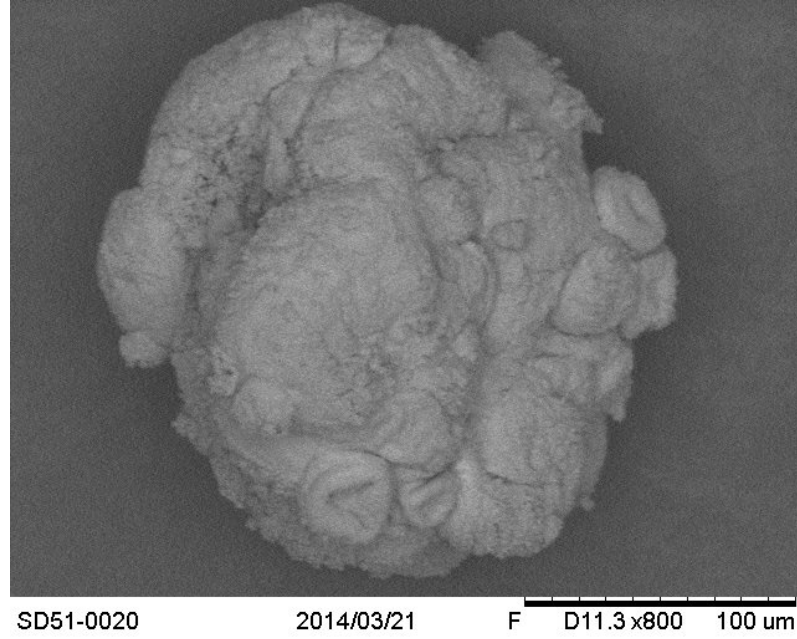


FIGURE 2.2 – Photos de grains de PVC prises au microscope à balayage électronique : vue d’une particule isolée.

### 2.1.2 Propriétés texturales des grains de PVC : porosité et distribution de tailles de pores.

Les propriétés texturales d’un grain (porosité interne, distribution de tailles de pores) ont été déterminées par porosimétrie à mercure (Micrometrics Autopore IV). Précisons que la porosité interne d’un grain,  $\chi$ , est le rapport entre le volume gazeux contenu dans les pores et son volume géométrique :

$$\chi = \frac{V_p - V_s}{V_p}. \quad (2.4)$$

Avec  $V_p$  et  $V_s$ , respectivement, le volume géométrique et le volume effectif de solide contenu dans le grain.

La porosité dépend de la nature de la particule et des traitements thermiques, mécaniques et chimiques auxquels elle a été soumise. Dans le cas du PVC produit par polymérisation en suspension, elle dépend des conditions opératoires de l’étape de réaction.

Connaissant la masse volumique réelle du PVC ( $\rho_s = 1400 \text{ kg.m}^{-3}$ ), on peut évaluer la porosité du grain par la relation suivante :

$$\rho_p = \rho_s \cdot (1 - \chi), \quad (2.5)$$

avec  $\rho_p$  la masse volumique apparente du grain.

Dans le Tableau 2.2 sont regroupées les valeurs de  $\chi$  et  $\rho_p$  déterminées pour les différents grades de PVC. On constate que les grades A et B ont la même porosité interne et la même masse volumique ( $\chi = 29 \%$  et  $\rho_p = 992 \text{ kg/m}^3$ ). Ces résultats nous permettent de réaliser une classification des grades suivant leur masse volumiques décroissantes :

$$\text{PVC A} = \text{PVC B} > \text{PVC D} > \text{PVC C}.$$



En ce qui concerne la distribution de tailles de pores, un exemple de résultats bruts est présenté sur la Figure 2.3 (PVC A).

Sur la Figure 2.3(a), on distingue deux régions :

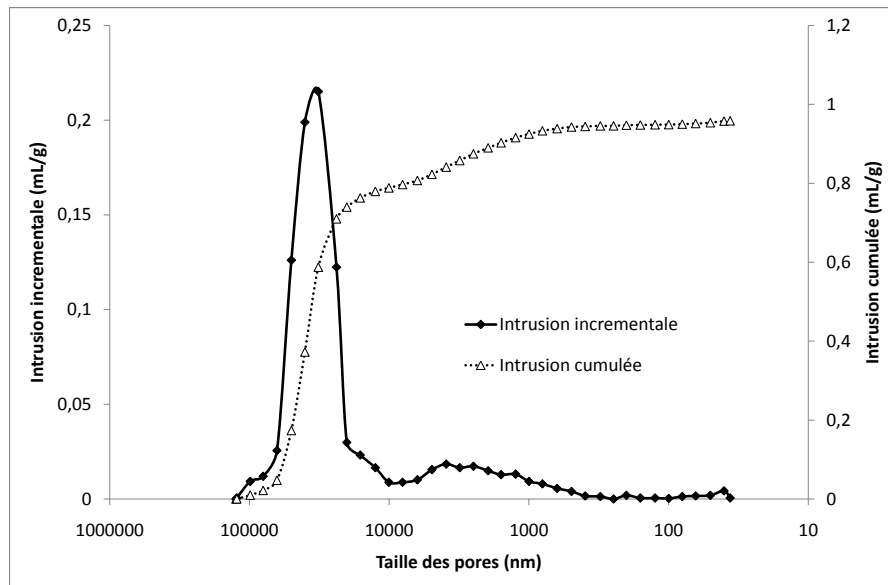
- La première, pour des tailles de pores supérieures à 10 000 nm, caractérise l'espace interstitiel entre les grains de PVC (Figure 2.3(b)). En effet le diamètre moyen des pores dans cette région (40  $\mu\text{m}$ ) correspond au diamètre hydraulique d'un lit fixe constitué de particules sphériques de 142  $\mu\text{m}$  de diamètre ( $d_{[3,2]}$  du PVC A) et ayant une porosité de 0,35 (porosité d'un lit fixe tassé, voir Tableau 2.5). Cette grandeur, estimée par la relation suivante, est de 48  $\mu\text{m}$  :

$$d_h = \frac{4}{6} \cdot \frac{\varepsilon}{1 - \varepsilon} \cdot d_{[3,2]}. \quad (2.6)$$

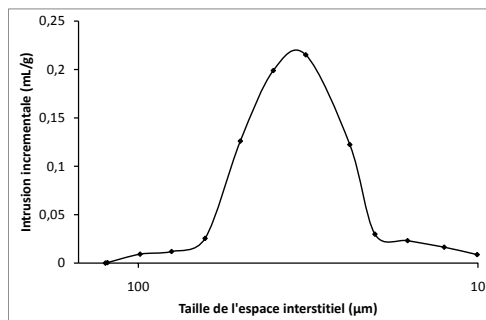
- La seconde région, pour des tailles de pores inférieures à 10 000 nm, représente l'espace entre les différents éléments constitutifs du grain de PVC : agglomérats et particules primaires (voir Chapitre 1). La porosité interne globale ( $\chi$ ) est de 29% (Tableau 2.2). La distribution de tailles de pores est bimodale :
  - La première, pour des tailles comprises entre 10 000 nm et 250 nm, caractérise l'espace entre les agglomérats. En effet, le diamètre moyen des pores, estimé pour cette population à 3300 nm, est comparable au diamètre hydraulique d'un milieu constitué de particules sphériques de 10 à 12  $\mu\text{m}$  de diamètre et ayant une porosité de 0,27. Cette dernière, déterminée à partir du volume de mercure occupant cette population de pores, est appelée la porosité externe des agglomérats. Ce diamètre est très proche du diamètre moyen des agglomérats, comme le montre la Figure 2.4.
  - La deuxième, pour des tailles comprises entre 250 nm et 50 nm caractérise l'espace interstitiel entre les particules primaires, élément constitutif de l'agglomérat. Le diamètre moyen de pores de cette famille de pores est de 80 nm. En considérant cette valeur comme le diamètre hydraulique d'un agglomérat de particules primaire de 1  $\mu\text{m}$  de diamètre, on peut en déduire la porosité interne des agglomérats. Le calcul donne un résultat compris entre 8 et 10%. Cette valeur est largement supérieure à celle déterminée par porosimétrie à mercure (2,1%). L'écart observé peut être attribué à la limite de la porosimétrie à mercure. En effet cet appareil ne nous permet pas de caractériser les méso et les microporosités (diamètre de pores inférieurs à 50 nm)

La valeur de la tortuosité des pores a été évaluée par le logiciel commercial du porosimètre. Cette valeur représente le rapport entre la distance réellement parcourue par le mercure et le rayon de la particule. La méthode de calcul de cette grandeur, tirée du manuel du porosimètre, est placée en Annexe B page 254. Le principe de calcul repose sur la détermination de la diffusion effective du mercure dans le grain. Le Tableau 2.2 montre que la valeur de la tortuosité pour les différents grades étudiés est comprise entre 2,9 et 3,3.

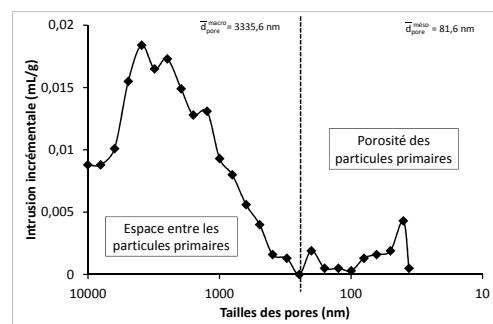
L'ensemble des résultats de porosimétrie à mercure (porosité, diamètre moyen des pores, tortuosité, et masse volumique de la particule) pour les quatre grades étudiés est résumé dans le Tableau 2.2.



(a) Résultats bruts du porosimètre à mercure



(b) Distribution de l'espace interstitiel de l'échantillon.



(c) Distribution de tailles de pores internes.

FIGURE 2.3 – Résultats de porosimétrie à mercure du PVC A.

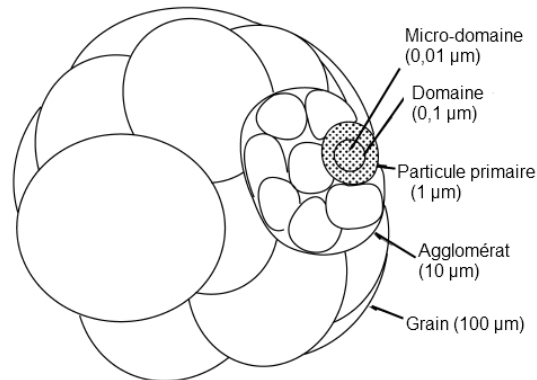


FIGURE 2.4 – Structure d’une particule de PVC (Saeki and Emura, 2002).

Tableau 2.2 – Porosité, mésoporosité, diamètres moyens des pores, tortuosité, et masse volumique des grains, pour les quatres grades de PVC.

	PVC A	PVC B	PVC C	PVC D
Masse volumique du grain ( $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ )	990,8	994,4	935,3	980,6
Tortuosité (-)	3,7	3,3	2,9	3,1
Porosité globale (%)	29,2	29,0	33,1	30,0
Porosité externe des agglomérats (%)	27,1	27,7	31,7	29,5
Porosité interne des agglomérats (%)	2,09	1,34	1,34	0,52
Diamètre moyen des pores externes aux agglomérats (nm)	3336	1597	1932	1900
Diamètre moyen des pores internes aux agglomérats (nm)	82	77	73	46

## 2.2 Propriété physico-chimiques et thermodynamiques du PVC.

L'affinité du PVC avec l'eau est une donnée importante dans le procédé de séchage. En effet, elle définit l'équilibre entre les particules de PVC et une atmosphère humide. On parle alors d'équilibre de sorption, qui présente la valeur de l'humidité à l'équilibre du solide en fonction de l'humidité de l'atmosphère gazeuse. Avant de présenter ces équilibres, il est nécessaire de définir la nature de l'eau présente dans un corps humide ainsi que la notion d'activité de l'eau.

### 2.2.1 Définition : Nature de l'eau dans un corps humide.

Abstraction faite des solides donnant lieu à une liaison dite chimique, les matériaux sont classés en corps hygroscopiques ou non. Les corps hygroscopiques sont caractérisés par le fait que la tension de vapeur du solvant en équilibre avec le solide est inférieure à celle du solvant pur ( $P_w^\circ > p_w$ ) à la même température. L'hygroscopicité est due à des phénomènes tels que l'adsorption, la capillarité, la formation de solution (solubilité partielle du solide) dans le liquide.

Quant aux corps non hygroscopiques, ils sont caractérisés par l'égalité des pressions :  $p_w = P_w^\circ$ .

Aux basses pressions l'activité de l'eau dans un produit solide peut-être exprimée, en assimilant les fugacités aux pressions, par le rapport entre la pression de vapeur de l'eau et la tension de vapeur à la température donnée :

$$a_w = \frac{f_w}{f_w^\circ} = \frac{p_w}{P_w^\circ} \quad (2.7)$$

Au sein du matériau solide, la quantité d'eau rapportée à l'unité de masse de matière sèche,  $X$  est, à l'équilibre, une fonction de la pression partielle de vapeur d'eau,  $p_w$ , et de la température soit :

$$X = f(p_w, T) \quad (2.8)$$

Comme la tension de vapeur  $P_w^\circ$  est elle-même une fonction de la température, on peut encore écrire :

$$X = f(p_w/P_w^\circ, T) = f(a_w, T) \quad (2.9)$$

L'intérêt essentiel de ce dernier mode d'écriture consiste dans le fait que, grâce à l'introduction d'une fonction exponentielle (loi de tension de vapeur) le graphe de la fonction  $X = f(a_w, T)$  dépend relativement peu de la température.

Un produit est susceptible de contenir de l'eau sous 2 formes : l'eau libre et l'eau liée. Ces deux catégories correspondent à des énergies de liaison avec le produit très différentes. L'eau liée est fixée avec la matière sèche par des liaisons de divers types :

- par capillarité, lorsque l'eau est dans des pores très étroits (eau solvant),
- ou par des liaisons hydrogène sur des groupements polaires, comme par exemple sur les protéines ou les polysaccharides dans les produits agro-alimentaires, ou encore sur les groupes alcools ou amines (eau non solvant).

Compte tenu de ces interactions avec la matière sèche, l'activité de cette forme d'eau est inférieure à 1, ce qui traduit le fait que la pression de vapeur de cette forme d'eau est inférieure à la tension de vapeur sous la température correspondante. L'eau liée correspond à ce que l'on appelle encore l'eau adsorbée. La quantité d'eau liée contenue dans un solide est donnée par l'isotherme de sorption correspondant.

L'eau libre est par opposition celle qui, imprégnant la texture du produit est libre de migrer du cœur vers la périphérie. Les énergies de liaisons avec la matière étant faibles, l'activité de l'eau libre est strictement égale à l'unité.

L'énergie nécessaire pour arracher les molécules de solvant à un substrat solide lors du séchage dépend notamment de la nature de la liaison fluide-solide. L'énergie nécessaire au séchage comprend en effet :

- la mise en température du système : substrat-solvant,
- la rupture de la liaison,
- et la vaporisation de la molécule du solvant.

### **2.2.2 Equilibres thermodynamiques (adsorption) des différents grades de PVC en poudre.**

Lors de la modélisation des phénomènes de séchage on considère qu'il existe un équilibre dynamique entre le solide et le gaz au voisinage de sa surface, équilibre qui ne pourra pas être dépassé durant l'opération. Cet équilibre est caractérisé par les isothermes de sorption, déterminés expérimentalement par méthode statique ou dynamique.

La méthode statique consiste à mettre en équilibre un échantillon avec une solution aqueuse dont on contrôle l'activité. Habituellement, on utilise des solutions saturées en sels, ou éventuellement des solutions d'acide sulfurique dilué dans l'eau. L'échantillon et la solution sont placés dans des bocaux hermétiques et mis en étuve régulée en température. On effectue régulièrement la pesée de l'échantillon jusqu'à ce que la masse mesurée ne varie plus. On est alors à l'équilibre hygroscopique. On détermine alors la masse de l'extrait sec de l'échantillon ce qui permet de calculer sa teneur en eau.

La méthode dynamique consiste à mesurer le poids d'un échantillon placé dans un courant d'air à température fixée et à mesurer la variation d'humidité du solide à l'équilibre en fonction de l'humidité de l'air. En règle générale la teneur en eau de l'air de balayage varie par échelon dès que la masse de l'échantillon est en équilibre. Il existe des appareils automatiques appelés DVS (Dynamic Vapor Sorption).

Les équilibres de sorption des différents grades produits par INEOS ont été déterminés par DVS. Les mesures ont été sous-traitées au centre RAPSODEE de l'école des mines d'ALBI. Ces essais ont été réalisés à 45°C (valeur maximale pouvant être atteinte par leur appareil), cette température est proche de celle du PVC en sortie de séchoir Flash.

Les équilibres de sorption ainsi obtenus sont présentés sur la Figure 2.5. Ces courbes montrent une faible affinité des différents grades de PVC vis à vis de l'eau. En effet, même pour des valeurs élevées d'humidité relative (80 à 85%), l'humidité du solide à l'équilibre n'excède jamais 1,7 g d'eau / kg de PVC sec. A partir de ces résultats on peut classer les grades suivant leur affinité vis à vis de l'eau :

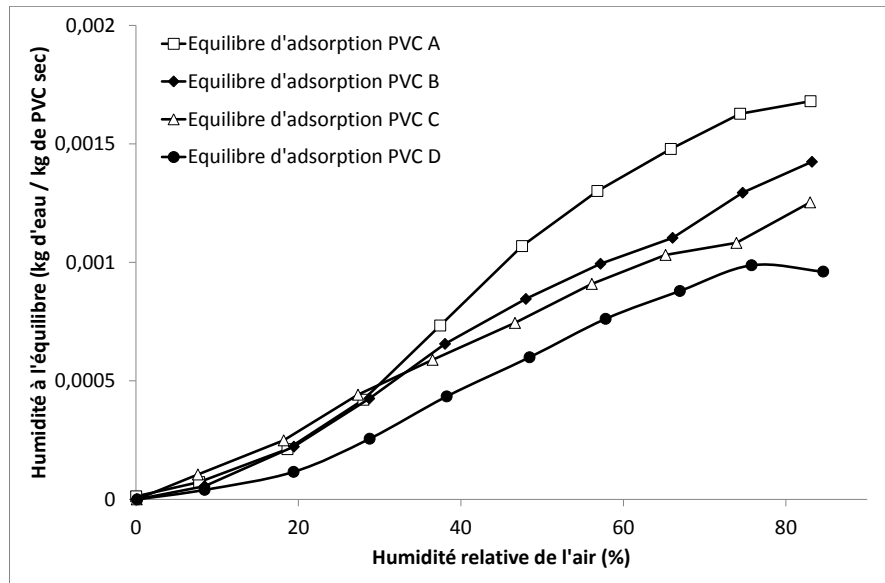


FIGURE 2.5 – Equilibres d'adsorption des différents grades de PVC.

$$\text{PVC D} < \text{PVC C} < \text{PVC B} < \text{PVC A}.$$

La forme des isothermes est semblable à l'isotherme de type III, la concavité des courbes est dirigée vers l'axe des ordonnées. Cette famille d'isothermes est caractérisée par :

- une adsorption en couche multiple,
- une très faible affinité du solide vis à vis de la vapeur d'eau, surtout à faible valeur de l'humidité relative,
- et une chaleur d'adsorption de la vapeur d'eau inférieure à la chaleur de liquéfaction.

Ce comportement est caractéristique de l'adsorption d'un soluté gazeux sur des adsorbants de faibles surfaces spécifiques.

### 2.2.3 L'eau capillaire

L'eau présente sous forme capillaire est une part importante de l'eau contenue dans le matériau, soit dans les pores eux mêmes, soit dans l'espace interstitiel entre les particules si il s'agit de sécher des produits obtenus par cristallisation, précipitation, ou polymérisation en suspension.

La mouillabilité caractérise l'interaction entre une surface solide et un liquide. L'angle  $\theta$  que forme la goutte avec la surface est appelé angle de contact (Figure 2.6 et Tableau 2.3).

La pression capillaire dans un solide poreux peut être estimée par la loi de Jurin :

$$P_c = \frac{2 \cdot \gamma_{LV} \cdot \cos \theta}{r} \quad (2.10)$$

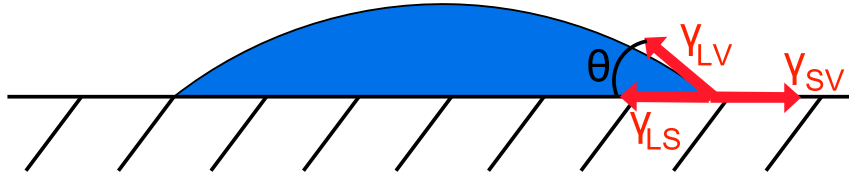


FIGURE 2.6 – Définition de  $\theta$ , l'angle de contact solide - liquide - gaz.

$r$  peut être le rayon des pores pour un solide poreux, ou la moitié du diamètre hydraulique. Cette grandeur, dépendant du diamètre des particules et de la porosité du milieu granulaire est estimée par la relation (2.6).

D'après la littérature, la valeur moyenne de l'angle de contact du PVC avec l'eau est de  $85,6^\circ$  (Etzler et al., 2000) (Triolo and Andrade, 1983) (Moshonov and Avny, 1980). Le PVC est donc un solide partiellement mouillant.

Tableau 2.3 – Mouillabilité d'un solide en fonction de son angle de contact.

$\theta = 0^\circ$	$0 < \theta < 90^\circ$	$90 < \theta < 180^\circ$	$\theta = 180^\circ$
Parfaitement mouillant	Mouillant	Non mouillant	Parfaitement non mouillant

Selon la loi de KELVIN la pression partielle de la vapeur d'eau au dessus du ménisque dans un solide poreux ayant un rayon moyen des pores  $r_{pore}$  est donnée par :

$$\log \left( \frac{p_w}{P_w^\circ} \right) = - \frac{2 \cdot \gamma_{LV} \cdot \cos \theta}{r_{pore}} \cdot \frac{M_w}{\rho_w \cdot R \cdot T_p}, \quad (2.11)$$

avec  $M_w$ , la masse molaire du liquide,  $\rho_w$ , la masse volumique du liquide,  $R$ , la constante des gaz parfaits, et  $T_p$ , la température de la particule en K .

Par ailleurs, dans un solide ayant une distribution de taille de pores étalée, la différence de pression capillaire existante entre les pores connectés de diamètres différents provoque un phénomène de succion de l'eau des pores de grandes tailles vers les pores de tailles plus faibles (Figure 2.7).

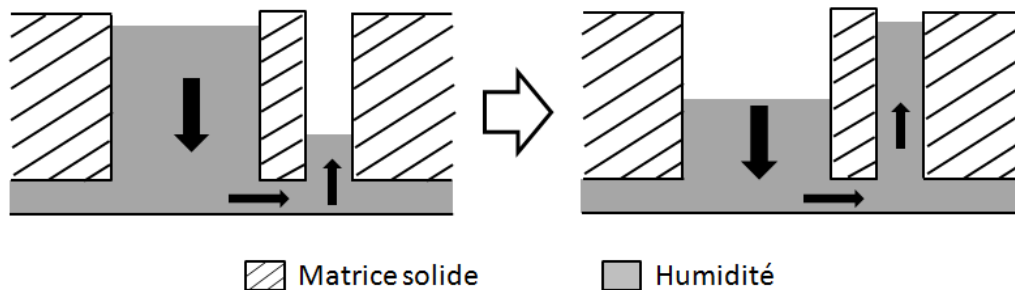


FIGURE 2.7 – Phénomène de transfert d'humidité par capillarité entre deux pores connectés de tailles différentes.

Dans le cas du PVC, le Tableau 2.4 présente l'effet du rayon moyen de pores sur la pression capillaire et sur l'activité de l'eau. On constate une forte influence du rayon de pore sur la pression capillaire, elle passe de 221 Pa à  $2,21 \cdot 10^7$  Pa lorsque le rayon de pore passe de

## 2.2. PROPRIÉTÉ PHYSICO-CHIMIQUES ET THERMODYNAMIQUES DU PVC.

Tableau 2.4 – Activité d'un liquide dans un pore, ainsi que la pression capillaire (calculées par la loi de Kelvin) en fonction du rayon du pore ( $\theta = 85,6^\circ$  et  $\gamma_{LV} = 72$  mN/m).

$r_{pore}$ (m)	$10^{-4}$	$10^{-6}$	$10^{-7}$	$10^{-9}$
$P_c$ (Pa)	221	$2,21 \cdot 10^4$	$2,21 \cdot 10^5$	$2,21 \cdot 10^7$
$a_w$ (-)	1,0	1,0	1,0	0,83

100  $\mu\text{m}$  à 1 nm. Cependant, son effet sur l'activité de l'eau ne se fait sentir que pour des rayons de pores inférieurs à 10 nm.

La grande valeur de l'angle de contact du PVC vis à vis de l'eau nous permet de conclure que le phénomène de capillarité a peu d'effet sur l'activité de l'eau (processus d'évaporation). Cependant il a un effet sur la distribution de l'eau dans la matrice solide, il favorise la migration de l'eau liquide des grosses cavités internes (porosité externes aux agglomérats) vers des pores de plus faible diamètre (espace entre les particules primaires).



## 2.3 Propriétés d'écoulement du PVC en poudre.

### 2.3.1 Paramètres d'écoulement du PVC en poudre : cohésivité et coulabilité.

Certains matériaux solides présentent une forte tendance à l'agglomération qui résulte de fortes attractions entre les particules causées par :

- des forces de Van der Waals,
- des forces électrostatiques,
- des ponts liquides dus à l'humidité de surface.

L'origine de ces forces interparticulaires dépend de la nature du solide et de la rugosité des particules. On parle alors de poudre cohésive.

La coulabilité d'une poudre représente l'aptitude d'une poudre à s'écouler librement, de manière régulière et constante sous la forme de particules individuelles. Cette propriété est très importante pour :

- la vidange d'une trémie,
- la fluidisation,
- et le transport pneumatique.

Différents tests empiriques permettent de caractériser ces phénomènes de manière quantitative. Carr (1965) a proposé une méthode empirique basée sur la détermination de différents paramètres permettant de caractériser la coulabilité d'une poudre.

Tableau 2.5 – Paramètres de Carr de différents grades de PVC.

Paramètre	PVC A		PVC D	
	Valeur	Indice	Valeur	Indice
Compressibilité	10,7%	22	10,2%	22,5
Angle de talus	34,7°	20	31,0°	22
Angle de spatule	31,4°	22,5	30,2°	24
Indice d'uniformité	1,502	24	1,477	24
Total	bon	88,5	très bon	92,5
Masse volumique en vrac ( $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ )	575		510	
Taux de vide en vrac	0,42		0,48	
Masse volumique tassée ( $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ )	644		568	
Taux de vide tassé	0,35		0,42	

Ces paramètres, évalués par le combiné de caractérisation de poudre HOSOKAWA Micron Corporation - Powder Tester Model PT-S, sont :

- la masse volumique en vrac,  $\rho_{vr}$ ,
- la masse volumique tassée,  $\rho_{ta}$ ,
- la compressibilité,  $\gamma$
- l'angle de talus,  $\theta_t$

### 2.3. PROPRIÉTÉS D'ÉCOULEMENT DU PVC EN POUDRE.

---

- l'angle de spatule,  $\theta_s$
- l'indice d'uniformité,  $I_u$ .

Le protocole expérimental ainsi que la méthode de détermination de l'indice de coulabilité d'une poudre sont résumés dans l'Annexe C page 258. Le Tableau 2.5 résume les paramètres d'écoulement pour deux grades de PVC sec. A partir des masses volumiques tassée et en vrac des poudres ainsi que de la masse volumique du grain (obtenue par porosimétrie à mercure), nous avons calculé le degré de vide des lits fixes en vrac et tassé. Ces résultats complètent le Tableau 2.5.

Selon Carr (1965), la faible valeur de compressibilité ( $< 20\%$ ), et un angle de talus inférieur à  $40^\circ$  classe ces poudres parmi les poudres ayant une bonne coulabilité.

## 2.4 Vitesses caractéristiques.

Le comportement d'une poudre vis à vis de la fluidisation donne des indications importantes sur sa transportabilité. La technique de fluidisation consiste à mettre les particules en suspension dans un courant gazeux ascendant. Le milieu résultant est appelé lit fluidisé en raison de son comportement semblable à un liquide. Si on porte la variation de la perte de charge du lit de poudre en fonction de la vitesse superficielle du fluide (vitesse en fût vide), on obtient le diagramme de fluidisation (Figure 2.8). Pour des vitesses de gaz relativement faibles, les particules solides demeurent immobiles, et la perte de charge suit la loi d'Ergun (représentant la perte de charge à travers un lit fixe).

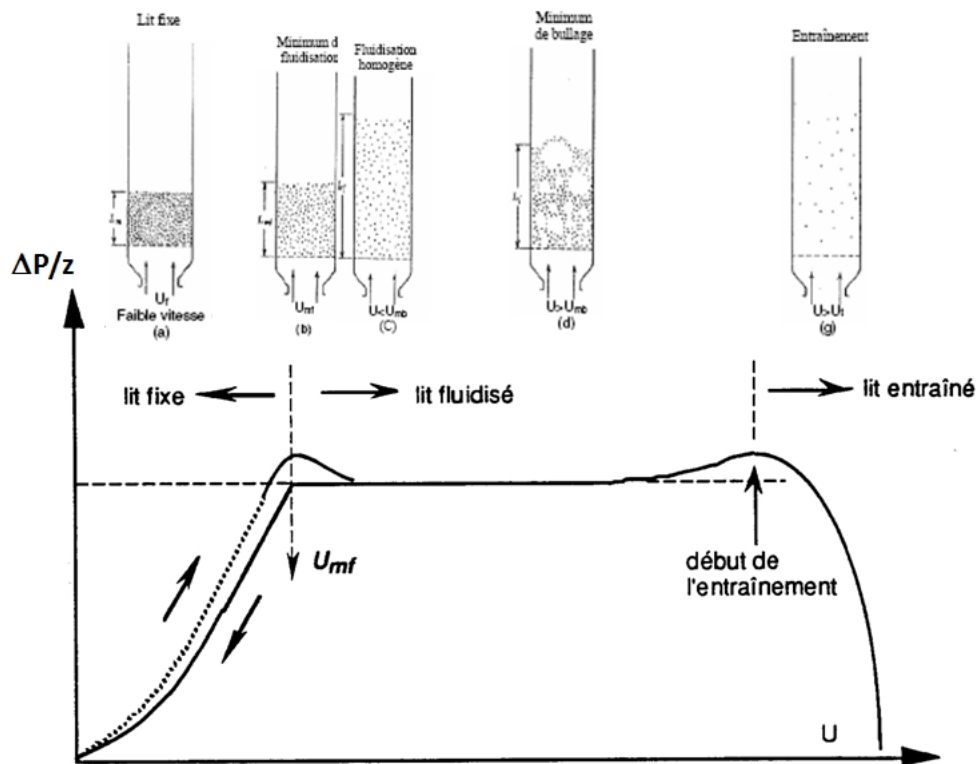


FIGURE 2.8 – Courbe de fluidisation et régimes d'écoulements simples.

Lorsque la vitesse de gaz devient supérieure à une valeur limite, il apparaît des vibrations des particules et une expansion de la couche. La perte de charge passe alors par un maximum puis décroît pour atteindre une valeur sensiblement égale au poids des particules par unité de section droite de la colonne. Au delà de cette vitesse, les particules deviennent indépendantes les unes des autres, la suspension devient alors analogue à un liquide. La vitesse correspondant entre l'état fixe et l'état fluidisé est appelée vitesse minimale de fluidisation ( $U_{mf}$ ). Cette grandeur est propre au système gaz/solide étudié : elle est indépendante des paramètres géométriques du système. Précisons, qu'au delà de cette vitesse minimale de fluidisation, le comportement de la suspension dépend fortement des propriétés des particules solides. D'une manière générale, on distingue différents régimes de fluidisation.

Lorsque la vitesse devient supérieure à une valeur maximale, considérée comme la vitesse terminale de chute libre ( $U_t$ ), les particules sont entraînées dans le courant gazeux. La

réduction de la masse de particules présentes dans la colonne se traduit par une chute de la perte de charge.

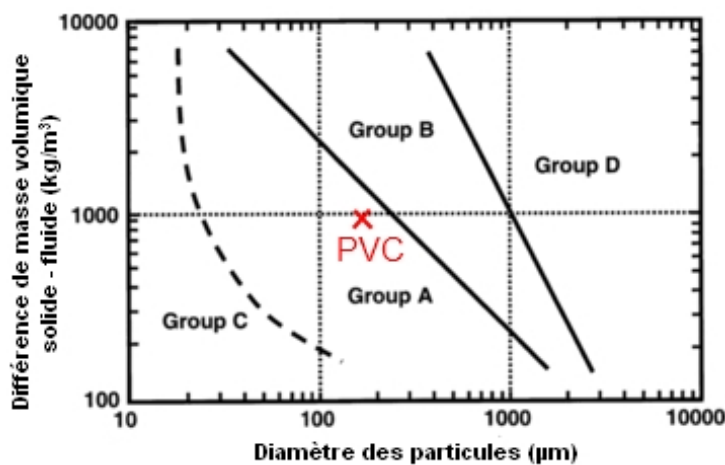


FIGURE 2.9 – Diagramme de Geldart (1973).

Notons que toutes les poudres ne sont pas fluidisables, et leur comportement vis à vis de la fluidisation dépend de leur nature et de leurs propriétés physiques. Ainsi, Geldart (1973) a classé les poudres en quatre groupes selon leur comportement vis à vis de la fluidisation (Figure 2.9). Nous avons représenté les propriétés physiques des différents grades de PVC sur ce diagramme (croix rouge). On constate que ces poudres appartiennent à la classe A de la classification de Geldart. Cette famille de poudres est caractérisée par :

- une excellente propriété d'écoulement lorsque le milieu est aéré à des vitesses supérieures à la vitesse minimale de fluidisation. Dans cette condition, la poudre présente une tendance au fusage lors de la vidange d'une trémie, c'est à dire un écoulement de type fluide à travers l'obturateur.
- une désaération lente quand la fluidisation est interrompue,
- une fluidisation particulière ou homogène (forte expansion du lit) au delà de la vitesse minimale de fluidisation.

Le phénomène de bullage (présence de cavités pratiquement vides de solide dans la suspension) est observé au delà d'une vitesse caractéristique appelée vitesse minimale de bullage ( $U_{mb}$ ).

Pour le grade de PVC A, la vitesse minimale de fluidisation et la vitesse minimale de bullage ont été déterminées expérimentalement dans une colonne de fluidisation à parois transparentes (diamètre : 19,2 cm). Les essais ont été réalisés avec une masse de particules de 8,7 kg et le gaz de fluidisation est de l'air sec (Figure 2.10). A partir de ce diagramme, nous avons estimé la vitesse minimale de fluidisation du PVC A (1,0 cm/s).

Par ailleurs, à partir de la mesure de la hauteur du lit expansé ( $H_{Lit}$ ) en fonction de la vitesse du gaz, nous avons pu calculer l'effet de ce paramètre sur la porosité du lit ( $\varepsilon$ ), ou taux de présence du gaz ( $\alpha_g$ ) :

$$\varepsilon = \alpha_g = 1 - \frac{m_p^{Lit}}{\rho_p \cdot A_c \cdot H_{Lit}}, \quad (2.12)$$

avec  $m_p^{Lit}$ , la masse de particules constituant le lit, et  $A_c$ , la section de la colonne de fluidisation.

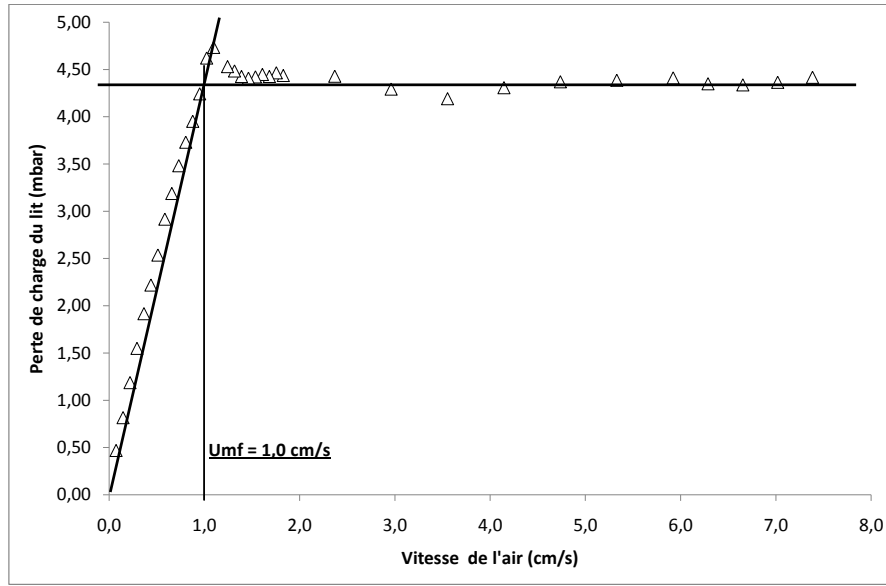


FIGURE 2.10 – Courbe de fluidisation du PVC A : Perte de charge en fonction de la vitesse en fût vide.

Ces résultats sont portés sur la Figure 2.11. On remarque une forte expansion du lit entre la vitesse minimale de fluidisation et une vitesse caractéristique appelée la vitesse minimale de bullage. Ce régime est appelé le régime de fluidisation homogène ou particulaire. La vitesse minimale de bullage est définie comme la vitesse à laquelle les bulles de gaz apparaissent ou disparaissent au sein de la suspension. Cette grandeur est déterminée visuellement. Elle est de l'ordre de 2,9 cm/s. Par ailleurs, nous avons remarqué qu'elle correspond à la valeur maximale de la porosité obtenue sur la Figure 2.11.

Ces données ont été confrontées avec les prédictions des corrélations de la bibliographie :

- la relation de Thonglimp et al. (1984) pour la vitesse minimale de fluidisation :

$$Re_{mf} = \left( 31,6^2 + 0,0425 \cdot Ga \right)^{\frac{1}{2}} - 31,6. \quad (2.13)$$

Avec  $Re_{mf}$  le nombre de Reynolds minimal de fluidisation et  $Ga$  le nombre de Galilée :

$$Ga = \frac{d_p^3 \cdot \rho_g \cdot (\rho_p - \rho_g) \cdot g}{\mu_g^2}. \quad (2.14)$$

- la relation de Richardson, pour la vitesse minimale de bullage :

$$U_{mb} = 33 \cdot d_p \cdot \left( \frac{\mu_g}{\rho_g} \right)^{-0,1}. \quad (2.15)$$

Par ailleurs, la vitesse terminale de chute libre d'une particule isolée a été calculée par la méthode directe d'Haider et Levenspiel :

$$U_t = U_t^* \left( \frac{\rho_g^2}{\mu_g \cdot (\rho_p - \rho_g) \cdot g} \right)^{-1/3}, \quad (2.16)$$

## 2.4. VITESSES CARACTÉRISTIQUES.

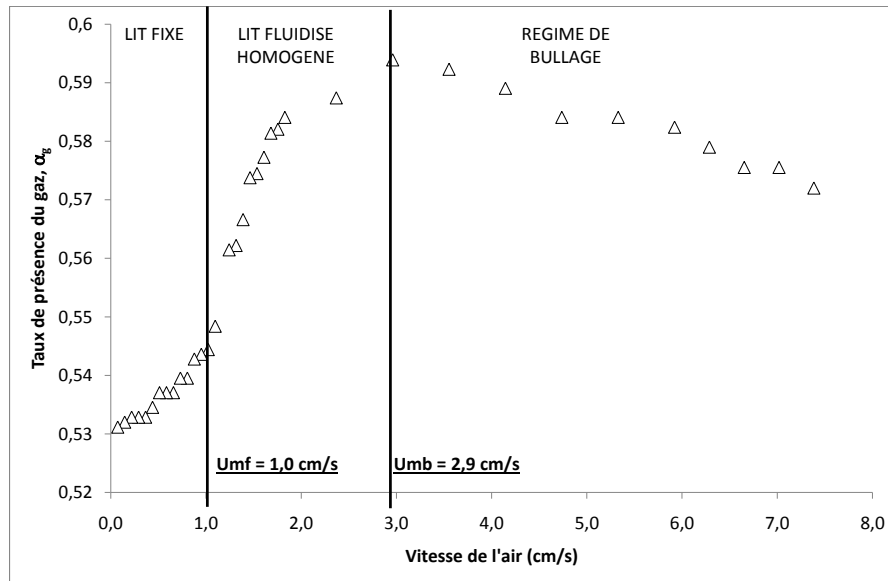


FIGURE 2.11 – Courbe de fluidisation du PVC A : Porosité du lit en fonction de la vitesse en fût vide.

avec :

$$U_t^* = \left( \frac{18}{d_p^{*2}} + \frac{2,335 - 1,744 \cdot \Phi}{d_p^{*0,5}} \right)^{-1}, \quad (2.17)$$

et :

$$d_p^* = Ga^{1/3}. \quad (2.18)$$

Les résultats ainsi obtenus sont regroupés dans le Tableau 2.6. La comparaison entre les vitesses caractéristiques du PVC A déterminées expérimentalement et celles données dans le Tableau 2.6 calculées par les corrélations de la bibliographie montre une sous estimation des vitesses caractéristiques par les corrélations. Ceci est probablement dû à la présence de forces électrostatiques entre les particules de PVC, qui peuvent conduire à la formation d'agglomérats, qui à leur tour surévaluent les vitesses caractéristiques.

Tableau 2.6 – Vitesses minimale de fluidisation, minimale de bullage, et terminale de chute libre des grades de PVC (\* Calculées par la méthode directe de Haider et Levenspiel).

	PVC A	PVC B	PVC C	PVC D
$U_{mf}$ (cm · s <sup>-1</sup> )	0,824	0,756	0,860	0,570
$U_{mb}$ (cm · s <sup>-1</sup> )	1,43	1,43	1,58	1,38
$U_t$ (cm · s <sup>-1</sup> )*	51,1	47,4	52,4	31,4

### 2.4.1 Transport pneumatique du PVC en poudre : écoulement en phase diluée et vitesses caractéristiques.

Dans un séchoir pneumatique, la vitesse de l'air doit être suffisante pour assurer le transport des particules de PVC en phase diluée. Pour ce faire, la vitesse du gaz doit dépasser

des vitesses caractéristiques appelées vitesse d'engorgement lors du transport vertical, et vitesse de saltation lors du transport horizontal. Ces grandeurs dépendent d'une part des propriétés intrinsèques du système gaz-solide, et d'autre part du débit massique unitaire de solide.

Considérons une colonne verticale alimentée par un courant gazeux, et par l'intermédiaire d'une vanne rotative, on déverse des particules solides dans le système (Figure 2.12). Il faut préciser que le comportement hydrodynamique du système dépend des propriétés des particules et du gaz, des paramètres géométriques du système, et des débits de gaz et de solide. Les travaux expérimentaux ont montré que, pour un débit de solide donné, le transport de solide en phase diluée ne peut avoir lieu que pour des vitesses de gaz supérieures à une valeur limite appelée vitesse d'engorgement (ou choking velocity),  $U_{ch}$ .

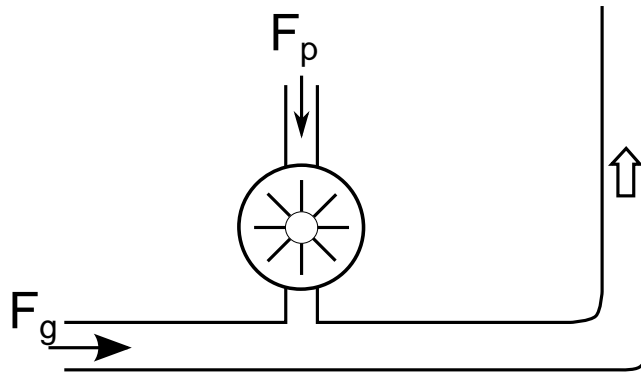


FIGURE 2.12 – Exemple de transport de poudre en phase diluée

Cette vitesse peut être évaluée en résolvant le système d'équation suivant (Yang and Keairns, 1982) :

$$\frac{2 \cdot g \cdot D_c \cdot (\varepsilon_{ch}^{-4,7} - 1)}{(\frac{U_{ch}}{\varepsilon_{ch}} - U_t)^2} = 6,811 \cdot 10^5 \cdot \left(\frac{\rho_g}{\rho_p}\right)^{2,2}, \quad (2.19)$$

$$\frac{F_p}{\pi/4 \cdot D_c^2 \cdot \rho_p} = \left(\frac{U_{ch}}{\varepsilon_{ch}} - U_t\right) \cdot (1 - \varepsilon_{ch}), \quad (2.20)$$

$$\frac{F_g}{\pi/4 \cdot D_c^2 \cdot \rho_g} = U_g = k_{ch} \cdot U_{ch}, \quad (2.21)$$

avec  $g$  l'accélération de la pesanteur,  $D_c$  le diamètre de la conduite,  $\varepsilon_{ch}$ , le taux de vide du lit à la vitesse  $U_{ch}$ ,  $k_{ch}$  le coefficient d'écart à l'engorgement,  $U_t$  la vitesse terminale de chute libre des particules,  $\rho_g$  et  $\rho_p$  les masses volumiques respectives du gaz et des particules, et  $F_g$  et  $F_p$  les débits massiques respectifs de gaz et de solide.

Par ailleurs, dans le but d'éviter le dépôt de solide dans les conduites horizontales des séchoirs, il faut que la vitesse du gaz soit supérieure à une vitesse limite appelée vitesse de saltation, ou vitesse minimale de dépôt. Cette vitesse peut être évaluée par la relation suivante :

$$\frac{F_p}{\rho_g \cdot U_{salt} \cdot A_c} = \left(\frac{1}{10^{(1440 \cdot d_p + 1,96)}}\right) \cdot \left(\frac{U_{salt}}{(g \cdot D_c)^{0,5}}\right)^{(1100 \cdot d_p + 2,5)} \quad (2.22)$$

L'ensemble de ces vitesses caractéristiques pour les différents grades est calculé et porté dans le Tableau 2.7. Les vitesses d'engorgement et les taux de vide à l'engorgement ont été calculés pour une conduite de 1,7 m de diamètre, et un débit massique de solide de

## 2.4. VITESSES CARACTÉRISTIQUES.

---

8 000 kg/h. On note que la vitesse de saltation des différents grades est de l'ordre de 10 m/s, tandis que la vitesse de l'air dans les conduites horizontales du séchoir pneumatique industriel (diamètre = 1 m), qui forment la jonction entre le riser et les cyclones, est de l'ordre de 20 m/s, afin d'éviter les dépôts de PVC. Ceci explique, en partie, la forte valeur du débit massique d'air.

La vitesse retenue dans le séchoir pneumatique industriel est de 20 m/s, ce qui correspond au double de la vitesse de saltation. Cette forte vitesse de gaz a été choisie pour assurer la dispersion du gâteau humide dans le courant d'air chaud en entrée, et pour éviter le dépôt de particules solides dans les conduites horizontales.

Tableau 2.7 – Vitesses d'engorgement, taux de vide à l'engorgement, et vitesses de saltation des grades de PVC. T = 25°C ; P = 1 atm ; Gaz : Air ; Débit PVC = 8000 kg/h

	PVC A	PVC B	PVC C	PVC D
$U_{ch}$ (m · s <sup>-1</sup> )	1,40	1,33	1,36	1,16
$\varepsilon_{ch}$ (—)	0,9990	0,9989	0,9988	0,9985
$U_{salt}$ (m · s <sup>-1</sup> )	10,300	10,290	10,386	10,258



## **2.5 Conclusion.**

Dans ce chapitre nous avons présenté les différentes grandeurs physiques, physico-chimiques et thermodynamiques qui caractérisent les différents grades de PVC en poudre. Nos résultats ont montré que :

- Les différents grades de PVC ont des morphologies relativement proches à l'exception du PVC C, qui est constitué de particules de tailles plus importantes et ayant une porosité plus élevée.
- Les isothermes d'adsorption de la vapeur d'eau sur les particules de PVC ont montré une faible affinité de la vapeur d'eau vis à vis de ce produit solide. La valeur de l'humidité à l'équilibre ne dépasse jamais 1,7 g d'eau / kg de PVC sec.
- La forte valeur de l'angle de contact eau-PVC et les grandes valeurs du rayon moyen de pore montrent les faibles effets de capillarité sur l'activité de l'eau. Cependant, il affecte la migration de l'eau dans la matrice solide.
- Les différents grades de PVC appartiennent à la classe A de la classification de Geldart. Il s'agit de poudres fusantes qui présentent d'excellentes propriétés d'écoulement, à condition que le milieu soit aéré.
- L'aération du milieu nécessite des vitesses de gaz relativement faibles dues aux faibles valeurs des vitesses minimales de fluidisation, de l'ordre de 1 cm/s.
- L'estimation des vitesses d'engorgement et de saltation, caractérisant le transport pneumatique en phase diluée, a montré que, pour les conditions opératoires industrielles, la vitesse de l'air doit dépasser 10 m/s.

## 2.5. CONCLUSION.

---

## Chapitre 3

# Le procédé de séchage thermique.

### Sommaire

---

<b>3.1 Opérations de séparation dans la chaîne de fabrication du PVC en grain.</b>	<b>73</b>
3.1.1 Humidité résiduelle d'un gâteau de filtration.	74
3.1.2 Séchage convectif du PVC.	75
Séchoirs à lit transporté, pneumatiques ou Flash.	75
Séchoirs à lit fluidisé.	77
<b>3.2 La cinétique de séchage.</b>	<b>79</b>
<b>3.3 Le séchage de particules poreuses.</b>	<b>81</b>
3.3.1 Transferts externes dans un séchoir convectif.	81
Transfert de quantité de mouvement.	82
Transfert de chaleur.	82
Transfert de matière.	83
3.3.2 Transferts internes à la particule : description des mécanismes internes.	84
Transfert de matière.	85
Transfert de chaleur.	88
3.3.3 Modélisation du séchage thermique.	88
<b>3.4 Conclusion.</b>	<b>89</b>

---

---

Le séchage est un processus thermophysique et physico-chimique complexe mettant en jeu des phénomènes de transferts de matière et de chaleur que ce soit avec le milieu environnant qu'à l'intérieur du solide. Cette opération, importante pour les opérations ultérieures de manutention de solides, est largement utilisée dans différents secteurs industriels tels que l'industrie pharmaceutique, alimentaire, chimique, etc. Le séchage permet l'élimination d'un liquide, souvent de l'eau, de la matière solide dans le but :

- de respecter les normes requises d'humidité pour la vente,
- de diminuer les coûts d'emballage et de transport,
- de faciliter le transport et le stockage du produit,
- et d'assurer une meilleure conservation du produit en particulier dans le cas des produits agro-alimentaires.

L'extraction d'eau d'un produit peut être conduite de différentes manières (Mujumdar, 2007) :

- le séchage par sublimation (lyophilisation),
- le séchage par ébullition,
- et, le séchage par évaporation.

Le principe de ce dernier, le plus utilisé dans l'industrie, est fondé sur le fait que la pression d'équilibre (pression partielle de vapeur d'eau à l'interface corps humide-atmosphère) est supérieure à la pression partielle de vapeur d'eau dans l'atmosphère environnante ou à la pression totale. L'existence d'une différence de potentiel d'échange engendre un transfert d'eau de l'intérieur du produit vers le gaz environnant. Pour maintenir constante la température du solide, de l'énergie thermique est bien sûr requise pour compenser l'absorption d'énergie consécutive à la vaporisation de cette quantité d'eau.

L'apport de chaleur au solide peut être réalisé de différentes manières (convection, conduction et rayonnement). La technique du séchage par convection est la plus utilisée dans l'industrie. Les calories nécessaires à l'extraction de l'eau ou du solvant sont apportées par un gaz qui circule au contact de la substance à sécher. Ce gaz joue en même temps le rôle de vecteur pour transporter la vapeur produite hors de l'enceinte de séchage. Les séchoirs à balayage peuvent fonctionner en continu ou en discontinu. Le mode de mise en contact de phases est essentiel au plan de l'efficacité des transferts, que l'on s'intéresse à la technique de mise en mouvement relative d'un fluide par rapport au solide ou encore au mode d'écoulement d'une phase par rapport à une autre (écoulement parallèle à co ou contre-courant, et écoulement croisé). Selon le mode de mise en contact de phases les séchoirs à balayage peuvent être classés en 4 rubriques :

- le séchage par léchage simple (séchoirs à plateaux, séchoir tunnel),
- le séchage par combinaison de léchage et de brassage (séchoir à tambour rotatif),
- le séchage par pulvérisation,
- et, le séchage par traversée de la matière (séchoirs à lit fixe, à lit fluidisé et à lit entraîné).

Ce dernier type de contact améliore sensiblement les transferts mais la perte de charge subie par le gaz est plus importante. Cette famille de séchoirs est utilisée pour le séchage des matériaux granulaires, de poudres et de gâteaux de filtration comme le PVC en poudre.

Le séchage convectif met en jeu des transferts de matière et de chaleur qui sont toujours étroitement imbriqués en phase gazeuse, liquide et solide. A quoi s'ajoutent, aux fins d'accroître les flux et de réaliser des transferts convectifs ou des opérations continues de

traitement, des écoulements de fluides et de solides. C'est dire que cette opération unitaire implique en général une combinaison plus ou moins complexe de transferts de matière, de chaleur et de quantité de mouvement en présence de milieux dispersés.

L'air ou le produit de combustion (fumées) sont les gaz vecteurs les plus répandus dans les procédés de séchage convectif, cependant utiliser de la vapeur d'eau surchauffée (de la vapeur à une température supérieure à sa température d'ébullition) peut être une alternative intéressante. En effet, la vapeur peut céder de l'énergie au produit à sécher sans pour autant condenser. L'augmentation de la température du produit va permettre l'évaporation de son humidité qui va diffuser à travers les pores des particules vers la phase gazeuse. Avec cette méthode de séchage, on peut tout de même observer de la condensation pendant la première phase de séchage lors du contact entre la vapeur et la particule "froide", on observe alors la formation d'un film liquide autour de la particule (Chen et al., 2000). L'intérêt de cette technique est de minimiser les résistances aux transferts externes en supprimant la résistance à la diffusion de la vapeur dans la phase gazeuse entourant le produit, et donc d'obtenir des vitesses de séchage plus importantes qu'avec de l'air chaud. Le transfert de la vapeur d'eau de la particule vers la phase gazeuse peut alors être représenté par la loi de Darcy (Chen et al., 2001).

Cette technique présente plusieurs autres avantages par rapport au séchage avec de l'air chaud (Meunier and Munz, 1986) (Cui et al., 1986) (Salin, 1986) :

- Une meilleure efficacité thermique (valeur élevée de la conductivité thermique de la vapeur d'eau par rapport à celle de l'air).
- Une réduction des risques d'explosion ou de combustion (absence d'oxygène dans le séchoir).
- L'énergie dépensée pour la vaporisation de l'humidité présente dans le solide n'est pas perdue, du fait que la vapeur en sortie de séchoir peut être utilisée pour chauffer une autre partie du procédé, ou aisément recyclée.

Cependant, la haute température de la vapeur rend cette technique mal adaptée pour les produits thermosensibles. Faber et coll. (Faber et al., 1986) présentent un algorithme permettant de rapidement comparer les coûts d'un procédé de séchage à la vapeur surchauffée et à l'air chaud.

En dépit des nombreuses études réalisées sur le séchage de produits solides, cette opération reste encore bien souvent mal maîtrisée dans l'industrie.

### 3.1 Opérations de séparation dans la chaîne de fabrication du PVC en grain.

La chaîne de fabrication du PVC est schématisée sur la Figure 3.1. Après polymérisation en suspension du PVC on obtient une bouillie constituée d'un mélange de grains macroporeux de tailles comprises entre 100 et 250  $\mu\text{m}$  et d'eau. L'étape de la centrifugation (séchage mécanique) permet la séparation de la phase liquide exprimable et la production d'un milieu poreux humide appelé « gâteau ». L'humidité ou la teneur en eau du gâteau ainsi formé est comprise entre 20 à 30 % de la masse du produit anhydre.

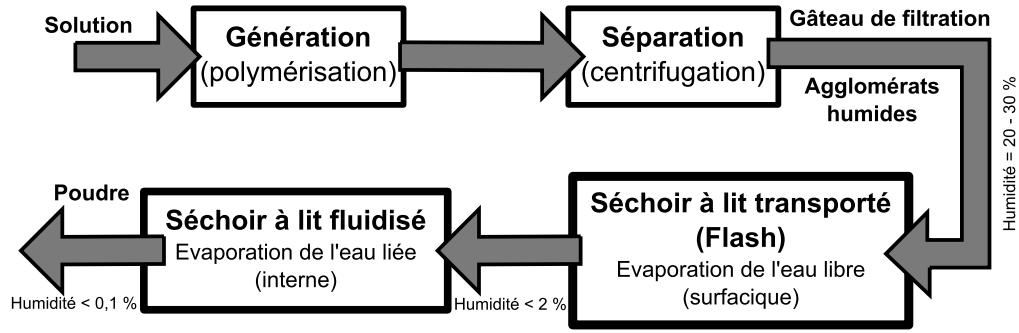


FIGURE 3.1 – Schéma global du procédé de fabrication du PVC en poudre.

### 3.1.1 Humidité résiduelle d'un gâteau de filtration.

Le solvant retenu dans le gâteau est présent sous quatre formes classées suivant leur facilité d'élimination :

- le liquide capillaire qui remplit les pores du gâteau (espace interstitiel),
- le liquide de contact retenu entre les joints de grains, dont l'importance dépend des phénomènes de tension superficielle (état pendulaire ou funiculaire),
- le liquide d'adhésion, qui mouille la surface des particules et qui dépend de la mouillabilité de celle-ci par le liquide,
- et, le liquide interne qui est retenu par les pores des grains.

Dans le cas d'amas de particules humides, l'eau surfacique forme des ponts liquides mobiles entre les particules. On peut distinguer quatre états (Figure 3.2) selon le degré de saturation en eau,  $S^{at}$  :

- l'état pendulaire, pour  $S^{at} < 25\%$ ,
- l'état funiculaire, pour  $25 < S^{at} < 80\%$ ,
- l'état capillaire, pour  $80 < S^{at} < 90\%$ ,
- l'agglomérat liquide, au delà.

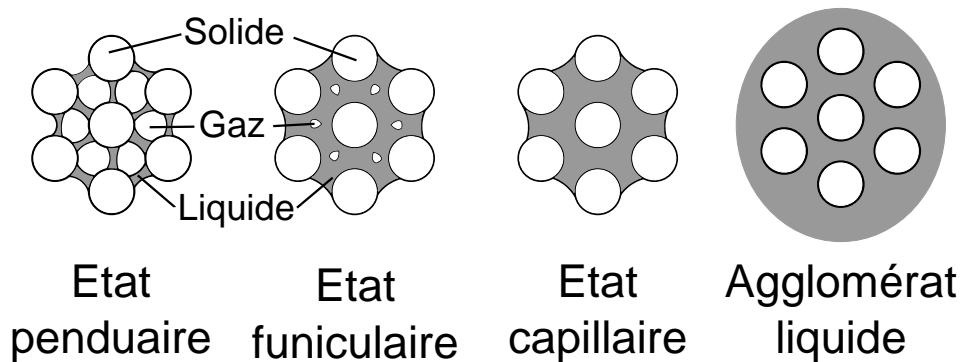


FIGURE 3.2 – Les différents états d'un amas de particules humides.

Le liquide capillaire remplit la couche poreuse jusqu'à une hauteur  $h_c$ , qui dépend de la taille de particules,  $d_p$ , de l'angle de contact  $\theta$ , et de la tension superficielle  $\gamma_{LV}$ , comme le montre l'expression de la pression capillaire  $P_c$  :

$$P_c = \rho_{eau} \cdot g \cdot h_c = 2 \cdot \alpha \cdot \frac{1 - \varepsilon}{\varepsilon} \cdot \frac{\gamma_{LV} \cdot \cos \theta}{d_p}. \quad (3.1)$$

avec  $\alpha$ , un facteur adimensionnel dépendant du type d'arrangement des grains (pour un arrangement en vrac,  $\alpha = 0,4$ ), et  $\varepsilon$  la porosité du lit.

Les paramètres qui permettent de réduire l'humidité finale du gâteau de filtration sont :

- la tension superficielle : un abaissement de celle-ci réduit d'autant l'humidité résiduelle que les grains sont gros,
- la pression d'essorage : son augmentation favorise sensiblement la déshydratation,
- la viscosité : son augmentation accroît l'humidité résiduelle,
- la granulométrie : l'humidité résiduelle est très sensible à la taille moyenne des grains au dessous de 100  $\mu\text{m}$ , alors qu'au dessus, elle est sensiblement constante.

En ce qui concerne la séparation par centrifugation, il est souvent difficile d'estimer la porosité du gâteau, car elle dépend de l'accélération et donc de la distance à l'axe de la centrifugeuse. Après une centrifugation de durée infinie et en absence de séchage par l'air, on peut retenir que le rapport entre le volume de solvant et le volume de matière sèche, noté  $q$ , dépend de l'accélération centrifuge  $G$ , du diamètre moyen des particules  $d_p$  et de la masse volumique du liquide  $\rho_l$  :

$$q = \frac{1}{d_p^{0,5} \cdot G^{0,5} \cdot \rho_{eau}^{0,5}}. \quad (3.2)$$

Le séchage de gâteau de filtration se fait dans deux séchoirs convectifs :

- L'un à lit transporté, appelé aussi le séchoir Flash, qui permet d'éliminer une grande partie de l'eau libre (eau solvant). Dans cette étape l'humidité de solide passe de sa valeur initiale (20-30%) à des valeurs inférieures à 2%.
- L'autre à lit fluidisé destiné à éliminer de l'eau liée. Cette dernière est fixée à la matrice solide par différents types de liaisons (capillarité, hydrogène sur des groupements polaires, Van der Waals, ...) ou encore est présente sous la forme d'eau fermée (eau piégée à l'intérieur du réseau cristallin). L'humidité résiduelle en sortie de séchoir est fixée à des valeurs inférieures à 0,1%.

### 3.1.2 Séchage convectif du PVC.

Dans cette section, seul le fonctionnement des séchoirs utilisés dans le procédé de fabrication du PVC d'INEOS-ChlorVinyls sera développé. Cependant, un ensemble de critères permettant de choisir la technologie de séchoir la mieux adaptée à un produit, ainsi que le fonctionnement de quelques séchoirs classiques sont présentés en Annexe D page 262.

#### Séchoirs à lit transporté, pneumatiques ou Flash.

Le principe de cette technique, représentée sur la Figure 3.3, repose sur l'entraînement d'un produit solide humide en vrac dans un courant gazeux chaud. Le transport de solide se fait en phase diluée avec des vitesses supérieures à des vitesses critiques (vitesse d'engorgement et de saltation). Ces grandeurs dépendent des propriétés physiques du gaz et des particules solides ainsi que du débit de solide à traiter. L'écoulement est particulièrement turbulent et le produit est entraîné alternativement au centre et à la paroi.

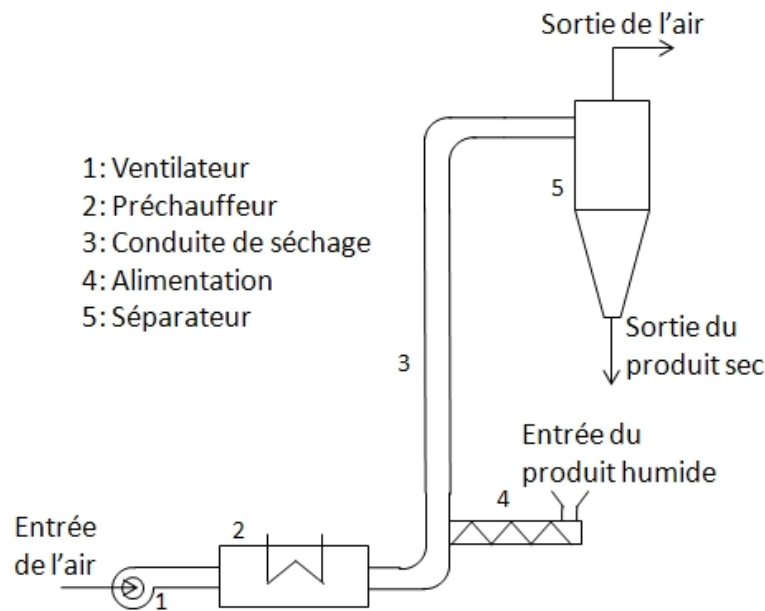


FIGURE 3.3 – Séchoir pneumatique simple.

Les séchoirs pneumatiques sont bien adaptés au séchage des produits pulvérulents, granuleux, et pâteux provenant par exemple de centrifugeuses ou filtres rotatifs ou presses. Toutefois, les temps de séjour du gaz et du solide sont très courts. Ils n'excèdent pas quelques secondes de sorte que l'intérêt de cette technique est limité à des opérations qui ne sont pas contrôlées par les étapes de diffusion à l'intérieur de solide. Le séchage, par exemple, doit être essentiellement un phénomène de surface et les particules solides doivent être de taille suffisamment faible pour que les transferts internes de matière et de chaleur soient rapides. De plus, les gaz et les particules solides circulant à co-courant, le solide ne se trouve en contact avec le gaz chaud qu'au début du séchage. Ces séchoirs sont donc recommandés pour le traitement des matières sensibles à la température.

Le fonctionnement s'effectue de la manière suivante : la matière humide est introduite dans le tube sécheur disposé verticalement, appelé le riser. Elle est alors entraînée et séchée jusqu'au séparateur (cyclones). Dans certains dispositifs on peut prévoir un recyclage partiel de produit sec.

La problématique majeure du lit transporté est l'estimation et le contrôle précis des temps de séjour du solide dans l'installation (Borde et al., 2006). En effet, le gaz et les particules introduits en même temps dans un lit transporté sont susceptibles de suivre des chemins très différents selon les phénomènes auxquels ils seront soumis. Ainsi, certaines particules sont par exemple amenées à sortir presque immédiatement de la colonne alors que d'autres connaissent des recirculations et restent ainsi plus longtemps au sein du lit. Par conséquent, il en résulte une distribution des temps de séjour du gaz et du solide qui caractérise le degré de mélange au sein du séchoir. Dans les séchoirs flashes l'évaporation est contrôlée essentiellement par les transferts externes dépendant de la dispersion des particules de PVC dans le courant gazeux.

Le comportement hydrodynamique des séchoirs pneumatiques, ou plus généralement du transport pneumatique, a été largement étudié dans la littérature (Rautiainen et al., 1999) (Ouyang et al., 2003). L'alimentation en solide étant généralement réalisée par une vis sans fin ou un tapis vibrant, elle n'est pas parfaitement continue, et le solide se déverse dans le



séchoir par paquets. On observe alors, dans le séchoir, le passage alterné de flux concentrés en solide et de flux plus dilués. On parle alors d'état "quasi-permanent". Les différentes propriétés physiques du flux gaz-solide (perte de charge, vitesses, taux de présence) sont donc difficile à mesurer et on se contente des valeurs moyennes sur une section.

#### Séchoirs à lit fluidisé

Le produit granulaire est mis en suspension dans l'air chaud qui a alors un triple rôle : porteur du solide, vecteur de l'humidité extraite et vecteur de chaleur (Figure 3.4).

Ces appareils présentent des caractéristiques intéressantes, telles que :

- l'isothermicité du lit,
- le mélange quasi parfait de solide,
- la faible perte de charge,
- la souplesse, car ils peuvent fonctionner en continu ou en discontinu. Les lits fluidisés peuvent être étagés, ce qui permet de réaliser une récupération optimale de l'énergie des solides et des gaz.

Notons que le mélange intensif du solide au sein du lit fluidisé, lors d'une opération de traitement continu de solide, peut conduire à une distribution très large des temps de séjour des particules, défavorable à une bonne qualité de traitement. Différents artifices ont été mis au point pour améliorer la distribution de temps de séjour et notamment, il est possible de contrôler l'écoulement du solide par la mise en place d'un système de guides en spirales dans les lits circulaires, ou bien d'utiliser des lits fluidisés multi-étagés (Figure 3.5(a)), fonctionnant à contre-courant, ou des lits fluidisés à compartiments (Figure 3.5(b)), fonctionnant à courants croisés.

Ce type d'appareil est plus approprié pour des particules ayant une distribution de taille resserrée. En effet, de grosses particules dont la vitesse minimale de fluidisation est élevée peuvent s'accumuler au bas du lit et créer un dysfonctionnement dans l'opération.

Au cours de ces dernières années, certains chercheurs ont essayé d'adapter le principe de séchoir par atomisation (spray drying) à la polymérisation du PVC (Säckel and Nieken, 2013). Notons que cette technique est souvent utilisée pour le séchage de solutions, de suspensions, et d'émulsions (Mezhericher et al., 2010a). Elle permet de réaliser les étapes de génération de la phase solide et de séparation solvant/solide dans un même appareil (Strumillo and Kudra, 1986) (Masters, 1980). En comparaison à une réaction de polymérisation en réacteur discontinu classique, cette technique ne nécessite pas de système d'agitation mécanique et utilise une quantité de solvant réduite. De plus, la grande surface de contact des gouttelettes pulvérisées permet un contrôle efficace de la température de polymérisation. Par contre, comme un grand nombre de phénomènes physiques ont lieu simultanément, la maîtrise des conditions opératoires devient extrêmement difficile, ce qui peut entraîner un mauvais contrôle des propriétés des particules produites.

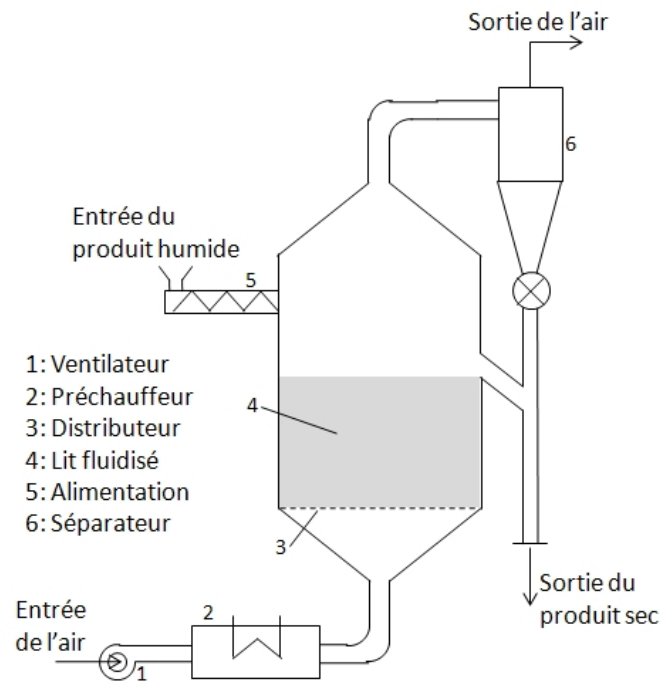


FIGURE 3.4 – Séchoir à lit fluidisé simple.

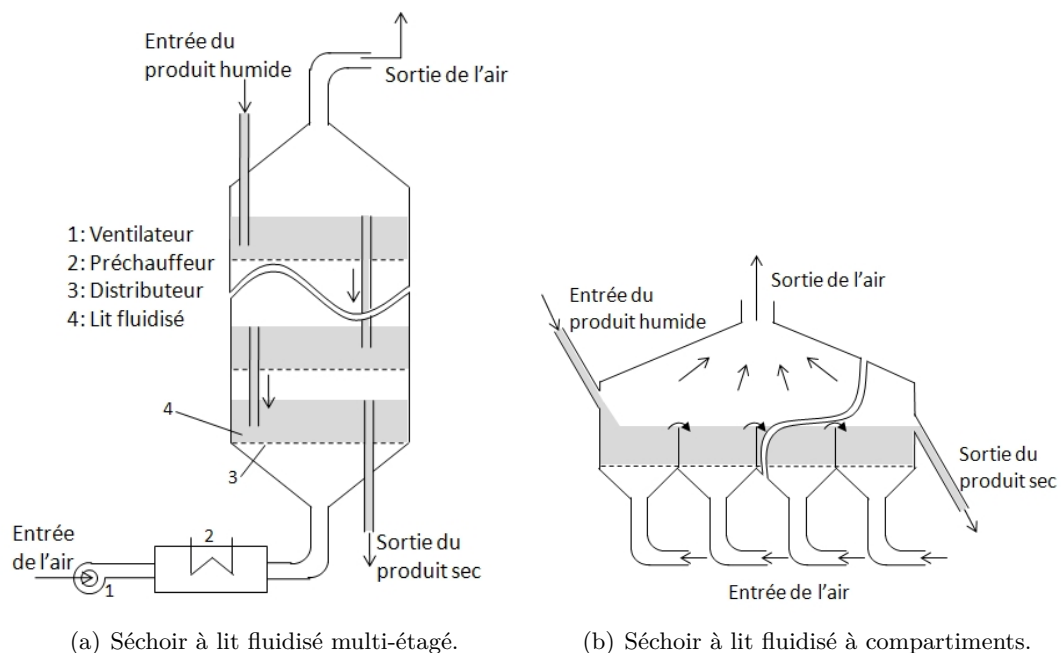


FIGURE 3.5 – Exemples de séchoirs, dérivés des séchoirs à lit fluidisé, fonctionnant à contre-courant ou à courants croisés.

### 3.2 La cinétique de séchage.

La cinétique de séchage présente un grand intérêt, notamment pour la construction de séchoirs industriels et le calcul du temps de séchage. La cinétique de séchage est obtenue à l'échelle du laboratoire dans des conditions qui simulent le plus fidèlement possible les séchoirs industriels.

La Figure 3.6 représente un exemple type de résultats obtenus lors du séchage d'un solide humide : les évolutions au cours du temps de l'humidité et de la température du solide. On distingue alors les trois phases classiques de séchage (Strumillo and Kudra, 1986) :

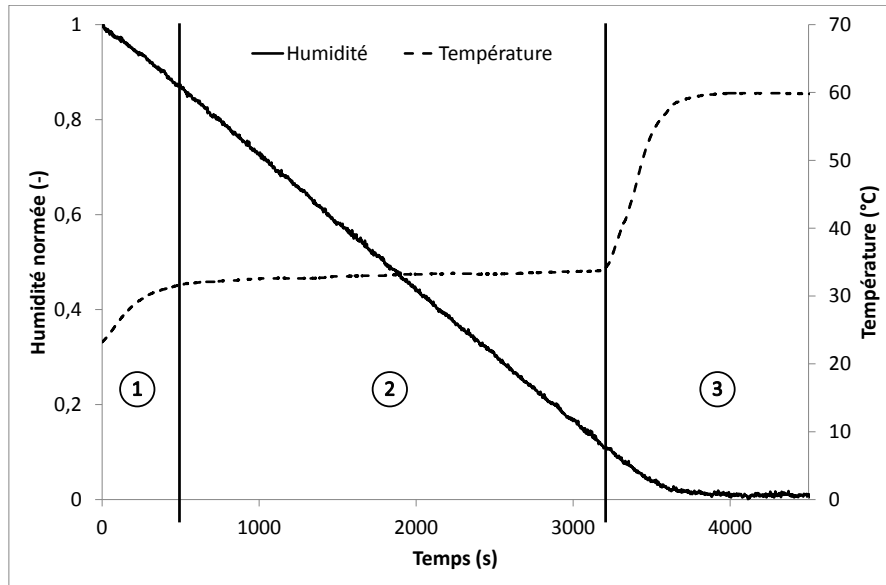


FIGURE 3.6 – Séchage d'un produit humide en veine de séchage : évolution de l'humidité et de la température du solide en fonction du temps.

➤ *Mise en température du produit (1) :*

Dans cette période, le flux d'énergie fournie au produit sert essentiellement à l'échauffement du solide humide. Cette phase est caractérisée par une augmentation rapide de la température du produit jusqu'à un palier ( $T_i$ ) et une faible diminution de l'humidité du solide. La durée de cette période est difficile à évaluer, mais elle est, en général, très courte devant les deux autres.

➤ *Séchage à vitesse constante (2) :*

Pendant cette période, la surface du solide est recouverte et/ou alimentée en eau non liée, et l'évaporation est conditionnée par les transferts externes. Le flux d'énergie apportée au solide compense essentiellement la quantité d'énergie nécessaire à l'évaporation de l'eau. La température du solide et la vitesse de séchage restent donc constantes. Les équations des bilans sur le produit se résument ainsi :

– Flux d'énergie cédée par l'air

$$Q_{g \rightarrow p} = \alpha_p \cdot s_p \cdot A_c \cdot h \cdot (T_g - T_i), \quad (3.3)$$

### 3.2. LA CINÉTIQUE DE SÉCHAGE.

---

avec,  $\alpha_p$ , le taux de présence des particules,  $s_p$ , leur surface spécifique,  $A_c$ , la section du séchoir,  $T_g$ , la température du gaz,  $T_i$ , la température du solide pendant la phase de séchage à vitesse constante, et  $h$ , le coefficient de transfert de chaleur.

- Flux d'énergie nécessaire à l'évaporation

$$Q_{evap} = m_w^{\circ} \cdot \Delta H_V = \alpha_p \cdot s_p \cdot A_c \cdot k_y \cdot (Y_i - Y) \cdot \Delta H_V, \quad (3.4)$$

avec,  $\Delta H_V$ , l'enthalpie de vaporisation de l'eau,  $Y$ , l'humidité de l'air ambiant,  $Y_i$ , l'humidité de l'air en surface du solide (humidité à saturation), et  $k_y$  le coefficient de transfert de matière.

En combinant ces équations, on obtient la relation suivante :

$$\frac{Y_i - Y}{T_i - T_g} = -\frac{h}{k_y} \cdot \frac{1}{\Delta H_V}. \quad (3.5)$$

La vitesse de séchage pendant la période de séchage à vitesse constante dépend donc des coefficients de transferts convectifs, de la surface d'échange, et de la grandeur des potentiels de séchage.

➤ *Séchage à vitesse décroissante (3) :*

Dans cette période, l'apport d'eau à la surface du solide ne compense plus l'évaporation, celle-ci intervient donc à l'intérieur du solide. De ce fait l'activité de l'eau en surface est inférieure à l'unité, ce qui conduit à une diminution de la vitesse de séchage. Les transferts deviennent plus complexes et mettent en jeu non seulement la convection dans le gaz entourant le produit mais également les différents mécanismes de transfert de l'eau de l'intérieur du solide vers sa surface :

- le transfert par capillarité,
- le transfert par diffusion en phase gazeuse dans les pores,
- le transfert par diffusion en phase liquide.

Le flux de chaleur apportée au solide devient supérieure à celle nécessaire à l'évaporation, ce qui entraîne une augmentation de la température du solide, jusqu'à un état d'équilibre lorsque le séchage est terminé.

### 3.3 Le séchage de particules poreuses.

Le séchage de matériel poreux est un phénomène complexe, qui, en dépit des nombreuses études présentes dans la littérature, n'est toujours pas bien compris. Cette complexité provient des échanges couplés (transferts de matière, chaleur, et quantité de mouvement) entre le gaz et les particules, dépendant à la fois des propriétés morphologiques des particules et de l'affinité de l'eau vis à vis de la surface solide (Kowalski, 2007), (Crapiste, 2000).

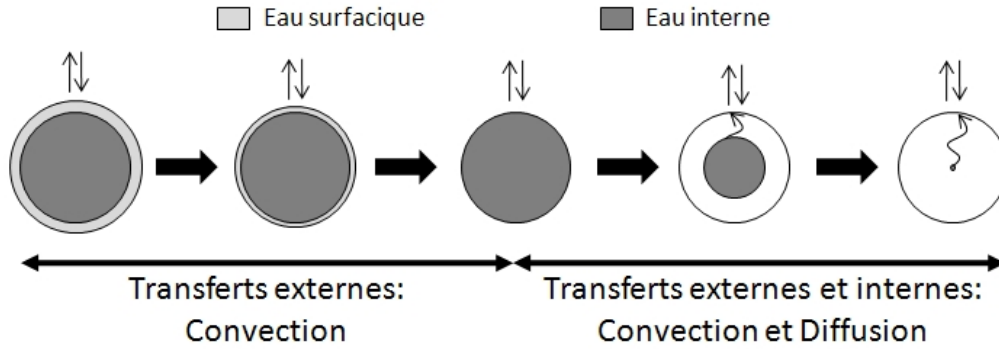


FIGURE 3.7 – Types de transferts pendant le séchage d'une particule poreuse.

Comme indiqué sur la Figure 3.7, on peut distinguer deux périodes lors du séchage d'une particule poreuse.

La première période consiste en l'élimination de l'eau libre présente en surface de la particule. Durant cette période, l'évaporation est contrôlée par les transferts externes. Ces transferts peuvent être, en fonction de la technologie utilisée, conductifs, convectifs, ou radiatifs (voir Section 3.1), dans notre cas, il s'agira de transferts convectifs (séchoirs pneumatique et à lit fluidisé).

Durant la seconde période, l'eau située dans les pores est éliminée. Le séchage est alors contrôlé par une combinaison entre les transferts internes et externes. La nature et l'intensité des transferts internes dépendent des propriétés et de la structure des particules solides, notamment de leur mouillabilité.

#### 3.3.1 Transferts externes dans un séchoir convectif.

Dans les séchoirs à lit fluidisé ou pneumatiques, les transferts entre la surface du produit à sécher et le milieu environnant sont essentiellement dirigés par l'hydrodynamique du système, et plus précisément par la vitesse relative du gaz par rapport à celle des particules solides, encore appelée la vitesse de glissement  $U_{sl}$  (Figure 3.8) :

$$U_{sl} = U_g - U_p. \quad (3.6)$$

Cette vitesse influe directement sur l'épaisseur de couche limite entourant la particule, et donc sur l'intensité des transferts externes.

Les échanges de chaleur et de matière sont représentés par le produit d'un coefficient d'échange convectif et d'un potentiel d'échange. Ce potentiel d'échange sera une différence de température pour les échanges de chaleur et une différence de concentration (ou d'humidité dans notre cas) pour les transferts de matière.

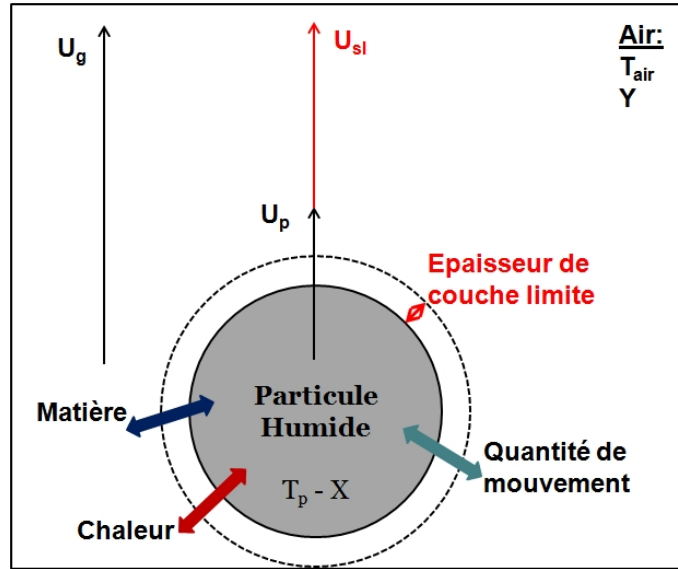


FIGURE 3.8 – Transferts convectif d'une particule dans un flux d'air.

La littérature procure un grand nombre de corrélations pour déterminer le coefficient de traînée et les coefficients de transferts. Pour le coefficient de traînée on trouve différentes corrélations (Schiller and Naumann, 1935) (Haider and Levenspiel, 1989), dont les plus communes sont résumées dans le Tableau 3.1. En ce qui concerne les coefficients de transferts, ils sont généralement exprimés comme des fonctions d'un ou plusieurs nombres adimensionnels (Reynolds,  $Re$ ; Nusselt,  $Nu$ ; Schmidt,  $Sc$ , et Prandtl,  $Pr$ ).

#### Transfert de quantité de mouvement.

Les transferts de quantité de mouvement représentent les forces appliquées aux différentes phases dues à leurs mouvements relatifs. Elles peuvent être de plusieurs types :

- La force de traînée, qui est l'ensemble des actions (Poussée d'Archimède exclue) exercées par le fluide sur la particule.
- La force d'histoire, qui représente les effets de la viscosité en régime instationnaire.
- La force de masse ajoutée, qui représente les effets de l'inertie en régime instationnaire.

Dans notre cas, le rapport entre la masse volumique du gaz et celle du solide est négligeable devant 1 ( $\rho_g/\rho_p \simeq 10^{-3}$ ), nous tiendrons compte donc seulement de la force de traînée qui s'exprime ainsi :

$$F_D = \frac{1}{2} \cdot \rho_g \cdot U_{sl}^2 \cdot \frac{\pi d_p^2}{4} \cdot C_d, \quad (3.7)$$

avec,  $C_d$  le coefficient de traînée.

#### Transfert de chaleur.

Pour le coefficient de transfert thermique, on trouve un grand nombre de corrélations en fonction du mode de transport (fluidisation ou transport pneumatique) (Baeyens et al., 1995) . La plupart de ces corrélations se trouvent sous la forme :

$$Nu = a \cdot Re^b \cdot Pr^c, \quad (3.8)$$

Tableau 3.1 – Différentes corrélations pour estimer le coefficient de traînée.

Corrélation	Expression
Schiller & Nauman (pour une particule isolée)	$C_d = \frac{24}{Re} \cdot (1 + 0,15 \cdot Re_p^{0,15})$
Wen & Yu (pour un ensemble de particules)	$C_d = \frac{24}{Re_p} \cdot (1 + 0,15 \cdot Re_p^{0,15}) \cdot \alpha_g^{-1,7}$
Haider & Levenspiel (prise en compte du facteur de forme)	$C_d = \frac{24}{Re_t} \left( 1 + 8,17 \cdot e^{-4,0655 \cdot \Phi} \cdot Re_t^{0,0964+0,5565 \cdot \Phi} \right) + \frac{73,69 \cdot e^{-5,0748 \cdot \Phi} \cdot Re_p}{Re_t + 5,378 \cdot e^{6,2122 \cdot \Phi}}$

avec a, b, et c, des constantes empiriques.

Une liste (non exhaustive) de corrélations, avec leurs domaines d'application, est présentée en Annexe E. On trouve cependant des corrélations dans lesquelles interviennent le taux de présence de la phase solide comme la corrélation de Bandrowski and Kaczmarzyk (1978) :

$$Nu = 0,00114 \cdot \alpha_p^{-0,5984} \cdot Re_p^{0,8159}, \quad (3.9)$$

$$\text{pour } 0,00025 < \alpha_p < 0,05 \quad \text{et} \quad 180 < Re_p < 1800.$$

L'intérêt d'une telle corrélation est qu'elle prenne en compte le taux de présence des particules,  $\alpha_p$ , c'est à dire, la dispersion des particules dans le flux gazeux. En effet, les échanges entre les particules et la phase gazeuse seront plus importants dans le cas d'un flux dilué que dans le cas d'un flux dense en particules.

### Transfert de matière.

Le coefficient de transfert de matière est déterminé en utilisant l'analogie de Chilton et Colburn, classique dans les problèmes de séchage, mais valable seulement en régime turbulent (Chilton and Colburn, 1934) (Tsilingiris, 2010) (Jaturonglumlert and Kiatsiriroat, 2010) :

$$\frac{h}{k_y} = Cp_h^G \cdot \left( \frac{Sc}{Pr} \right)^{2/3}, \quad (3.10)$$

$$\text{pour } 0,6 < Pr < 60 \quad \text{et} \quad 0,6 < Sc < 3000.$$

Avec  $k_y$ , le coefficient de transfert convectif de matière.

Les transferts convectifs gaz-solide ont été largement étudiés dans la littérature, cependant, le grand nombre de corrélations existantes implique une grande disparité des valeurs des coefficients de transferts. Un des enjeux de cette étude est donc de déterminer la ou les corrélations permettant de simuler avec le plus de précision les transferts externes aux particules de PVC.

#### 3.3.2 Transferts internes à la particule : description des mécanismes internes.

La particularité du phénomène de séchage convectif provient du couplage des différents transferts avec les transferts internes à la particule. Lors de l'évaporation de l'eau contenue dans les pores, de nombreux auteurs (Segura and Toledo, 2005a) (Segura and Toledo, 2005b) (SanMartin et al., 2011) (Peishi and Pei, 1989) suggèrent l'existence de trois zones à l'intérieur de la particule :

- une zone appelée noyau humide, remplie de liquide, dont l'humidité est égale à l'humidité initiale de la particule,
- une zone d'évaporation ou d'adsorption, où l'humidité du solide diminue rapidement jusqu'à atteindre une valeur quasi-constante, l'épaisseur de cette zone dépend directement de l'affinité du solide avec l'eau,
- et, une zone périphérique appelée "croûte sèche", où l'humidité est quasi-constante, égale à l'humidité à l'équilibre.

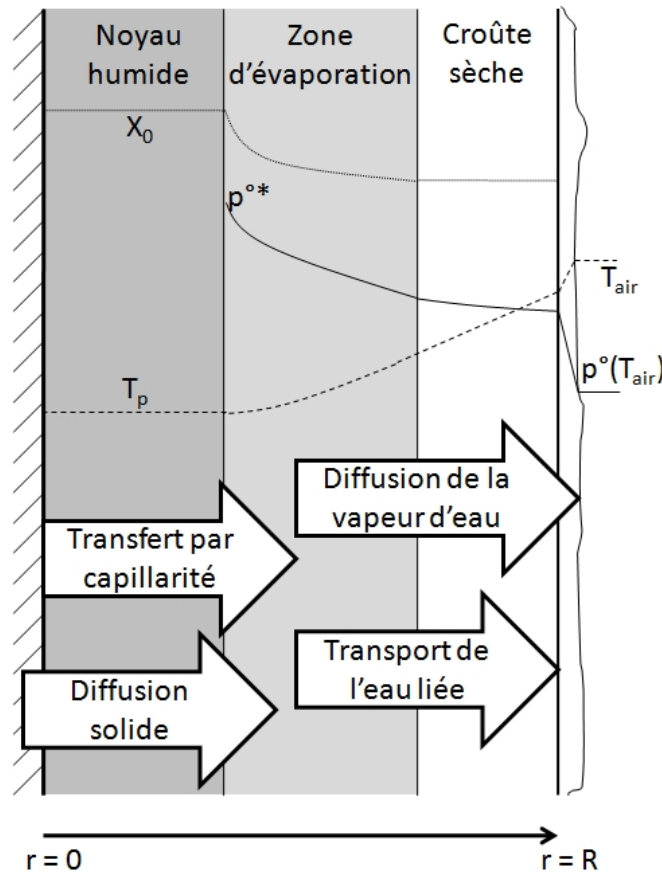


FIGURE 3.9 – Transferts internes pendant le séchage d'une particule poreuse.

Ces trois zones sont représentées sur la Figure 3.9 où sont portées, en fonction du rayon de la particule, l'évolution de l'humidité et de la température de la particule ainsi que l'évolution de la pression de vapeur d'eau du gaz contenu dans les pores. On observe un gradient de température à l'intérieur du solide comme le gaz transmet de la chaleur à la particule par diffusion de la surface vers le cœur. Ce gradient de température, associé à l'évaporation de l'eau en surface du noyau humide et à la diffusion de l'humidité contenue dans le gaz traversant les pores, entraîne un gradient de la pression partielle de vapeur



d'eau (c'est à dire de l'humidité du gaz). Or, dans la zone d'adsorption et dans la croûte sèche, le solide est à l'équilibre thermodynamique en tous points avec le gaz traversant le milieu. Ceci implique l'existence d'un gradient de l'humidité du solide dans ces zones.

Les deux premières zones sont limitées par un front d'évaporation mobile, progressant de la surface de la particule vers son cœur. La position de ce front d'évaporation est directement liée aux propriétés texturales des particules, ou plus précisément à l'affinité du solide avec l'eau et au phénomène de transfert de matière par capillarité, c'est à dire à la redistribution de l'humidité dans le réseau de pores.

### Transfert de matière.

La littérature montre que plusieurs phénomènes élémentaires peuvent intervenir durant le séchage de particules poreuses. Ces phénomènes sont complexes et dépendent de la nature et de la structure des particules solides, de la force des liaisons eau-solide, et de la composition de l'eau. Ces différents mécanismes, représentés sur la Figure 3.9 (Peishi and Pei, 1989) (Fortes and Okos, 1978) (Parry, 1985) (Bruin and Luyben, 1980), peuvent être de différentes natures :

#### ◇ Transfert par capillarité :

La distribution de tailles de pores existant au sein d'un solide conduit à une distribution de sa pression capillaire, qui, à son tour, provoque une redistribution de l'humidité dans le réseau de pores : l'eau va se déplacer des pores de grande dimension vers les pores de faible dimension.

La différence de pression capillaire entre deux pores de rayons  $r_1$  et  $r_2$  est donnée par la loi de Jurin :

$$\Delta P_c = 2 \cdot \gamma_{LV} \cdot \cos \theta \left( \frac{1}{r_1} - \frac{1}{r_2} \right). \quad (3.11)$$

Avec  $P_c$  la pression capillaire,  $\gamma_{LV}$  la tension superficielle du liquide (en  $N/m$ ), et  $\theta$  l'angle de mouillage du liquide sur le solide.

D'après la loi de Kelvin, la présence d'un ménisque concave dans un capillaire abaisse la pression d'équilibre de l'eau. L'activité de l'eau est donc donnée par l'équation suivante :

$$\ln(a_{eau}) = - \frac{M_{eau}}{\rho_{eau} \cdot R \cdot T_p} \cdot \frac{2 \cdot \gamma_{LV} \cdot \cos \theta}{r_{pore}}. \quad (3.12)$$

Le mécanisme de transfert par capillarité dépend donc des propriétés de mouillage de l'eau sur la surface solide ( $\gamma_{LV}$ ,  $\cos \theta$ ), de la température, et de la distribution de tailles de pores de la particule. Comme présenté dans le Chapitre 2, le PVC est un solide poreux faiblement mouillant ( $\theta = 85,6^\circ$ ) et est constitué de macroporosité. Ainsi, on peut raisonnablement négliger la contribution du transfert d'humidité par capillarité.

#### ◇ Diffusion de la vapeur d'eau à travers les pores :

Le phénomène de diffusion en phase vapeur, c'est à dire le transfert de la vapeur d'eau contenue dans le gaz présent dans les pores de la particule, est représenté par la loi de Fick reliant le gradient spatial de concentration d'une espèce (ici on prendra l'humidité)

### 3.3. LE SÉCHAGE DE PARTICULES POREUSES.

à son évolution temporelle par le biais d'un coefficient de diffusion apparent  $D_{app}$  (Weisz, 1995). On peut alors exprimer la densité de flux d'évaporation par :

$$\dot{N}_W = -D_{app} \cdot \text{grad } Y. \quad (3.13)$$

Pour prendre en compte la structure de la particule, le coefficient de diffusion de la vapeur d'eau à travers les pores, ou coefficient de diffusion apparent ( $D_{app}$ ), est calculé à partir du coefficient effectif de diffusion de la vapeur d'eau dans l'air ( $D_{eff}$ ), corrigé par les paramètres structuraux de la particule (Akanni et al., 1987). La porosité de la particule,  $\chi$ , permet de corriger la surface de la particule, et la tortuosité,  $\tau$ , la longueur de diffusion.

$$D_{app} = D_{eff} \cdot \frac{\chi}{\tau}. \quad (3.14)$$

La diffusion de la vapeur d'eau dans des pores remplis d'air peut se faire suivant deux mécanismes : la diffusion moléculaire et la diffusion de Knudsen. La diffusion dans un solide poreux est affectée par la taille et la forme des pores. Quand la dimension des pores est importante (par rapport au libre parcours des molécules), et quand la concentration moléculaire est élevée, le nombre de chocs entre molécules est plus important que le nombre de chocs molécule-paroi. Dans ces conditions, on parle de diffusion moléculaire, et dans le cas opposé de diffusion de Knudsen. On introduit alors le nombre de Knudsen,  $N_K$ , qui compare le libre parcours moyen des molécules,  $l$ , au diamètre moyen des pores,  $d_{pore}$  :

$$N_K = \frac{l}{d_{pore}}. \quad (3.15)$$

Comme indiqué sur la Figure 3.10, si le nombre de Knudsen est inférieur à  $10^{-2}$ , la diffusion est contrôlée par la diffusion moléculaire, alors que si il est supérieur à 10, la diffusion est contrôlée par la diffusion de Knudsen. Pour les valeurs intermédiaires, on parle de régime de transition.

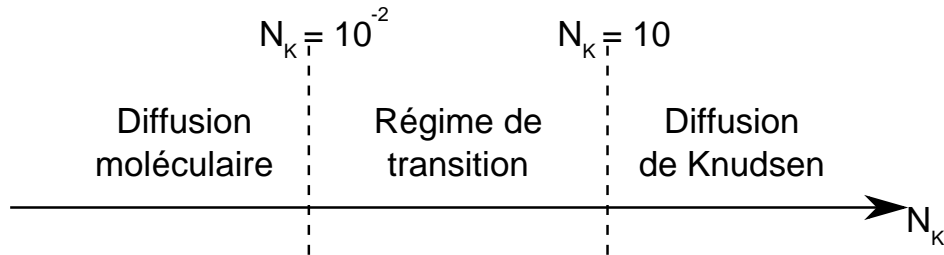


FIGURE 3.10 – Les différents régimes de diffusion dans un solide poreux.

On définit alors le coefficient de diffusion effectif  $D_{eff}$  pour les différents régimes :

$$D_{eff} = \begin{cases} D_M & \text{si } N_K < 10^{-2} \\ \frac{1}{1/D_M + 1/D_K} & \text{si } 10^{-2} \leq N_K \leq 10 \\ D_K & \text{si } N_K > 10 \end{cases}$$

Dans le régime de Knudsen, le coefficient de diffusion s'exprime de la façon suivante :

$$D_K = \frac{1}{3} \cdot d_{pore} \cdot \left( \frac{8 \cdot R \cdot T_g}{\pi \cdot M_{eau}} \right)^{0,5}. \quad (3.16)$$

Dans le cas de la diffusion moléculaire, de nombreuses corrélations empiriques ont été développées pour déterminer le coefficient de diffusion d'un mélange binaire. Wilke and Lee (1955) examinent différentes corrélations, comme la méthode de Gilliland, d'Arnold ou de Hirschfelder et coll. Cette dernière prend en compte les collisions entre molécules :

$$D_{12} = \frac{B \cdot T_g^{3/2} \cdot \left( \frac{M_1 + M_2}{M_1 \cdot M_2} \right)^{1/2}}{P \cdot r_{12}^2 W_{(1)}^{(1)} \cdot (1 - \Delta)}. \quad (3.17)$$

Avec  $D_{12}$  le coefficient de diffusion de l'espèce 1 dans l'espèce 2,  $B$  une constante numérique (égale à  $9,2916 \cdot 10^{-4}$ ),  $\Delta$  un coefficient correctif, et,  $W_{(1)}^{(1)}$  le terme de collision. Wilke et Lee examinent l'effet de ces corrélations dans le cas de molécules polaires et non-polaires, en les comparant avec des valeurs expérimentales.

Eckert et Drake (Mezhericher et al., 2008) proposent une corrélation pour les mélanges air-vapeur d'eau dépendant de la température et de la pression du milieu :

$$D_M = 2,302 \cdot 10^{-5} \cdot \frac{0,98 \cdot 10^5}{P} \cdot \left( \frac{T_g}{256} \right)^{1,81}, \quad (3.18)$$

avec,  $P$  la pression en Pa, et,  $T$  la température en K.

Dans le cas d'un mélange air-vapeur d'eau à 1 bar Fuller, Schettler, et Giddings (Perry and Green, 2008) proposent une corrélation simplifiée pour le coefficient de diffusion moléculaire ne prenant en compte que la température du milieu :

$$D_M = 1,1757 \cdot 10^{-9} \cdot T_g^{1,75}, \quad (3.19)$$

avec  $T$  la température en K.

◇ *Transport de l'eau liée ou diffusion en surface :*

Dans le cas de fortes interactions entre le gaz et le solide (adsorption en paroi), les molécules fixées sur l'interface sont susceptibles d'être mobiles et peuvent vibrer autour de centres d'équilibre. Selon un processus activé, elles peuvent migrer sans quitter la surface, par un mécanisme dit de "sauts".

Ce flux de surface (Figure 3.11), caractérisé par un gradient de concentration de surface, intervient en parallèle du flux dans la phase gazeuse.

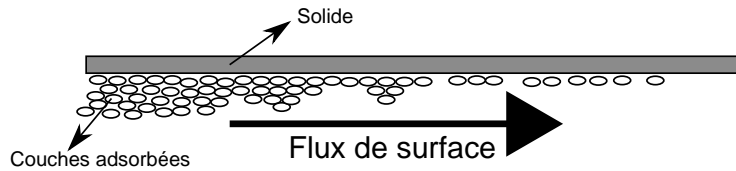


FIGURE 3.11 – Représentation du flux de molécules adsorbées en surface d'un solide.

La diffusion en surface des pores peut avoir plusieurs origines (Segura, 2007) (Waananen and Okos, 1996) telles que des différences de concentration, de pression totale, ou le rétrécissement de la matrice solide. Ce dernier phénomène est souvent observable lors du séchage de produits agro-alimentaires (Lozano et al., 1983).

Cette migration en surface est généralement assimilée à un phénomène de diffusion (régi par la loi de Fick), le flux d'eau liée est donc naturellement exprimé comme le produit :

### 3.3. LE SÉCHAGE DE PARTICULES POREUSES.

---

- d'un coefficient de diffusion (entre  $10^{-10}$  et  $10^{-12}\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ), dont la valeur change considérablement d'un système à un autre. Il dépend non seulement de la température, mais aussi de l'humidité de la particule (Andrieu and Stamatopoulos, 1986).
- et d'un potentiel de transfert.

Cependant l'identification du potentiel de transfert associé à ce phénomène a suscité de nombreuses études. De nombreux auteurs (Biggerstaff, 1965) (McNamara and Hart, 1971) ont considéré le gradient de concentration en eau dans le solide comme potentiel de transfert. Cette approche a permis d'obtenir des résultats convenables pour de faibles taux d'humidité, mais les différentes modélisations dérivèrent des résultats expérimentaux lors de fortes intensités de transferts. Afin de pallier à ces limitations, Bramhall (1976) a proposé de considérer le gradient de pression de vapeur d'eau comme potentiel de transfert, tandis que Kawai et al. (1978) ont utilisé le gradient de potentiel chimique. Par la suite, Skaar and Siau (1981) ont développé une expression théorique du flux d'eau liée basée sur le fait que les molécules d'eau liée doivent atteindre un niveau minimum d'énergie pour pouvoir migrer entre différents sites de sorption. On parle alors de mécanisme activé.

Afin de modéliser la migration de l'humidité avec précision, Stanish (1986) a considéré, dans une loi unique, la diffusion de la vapeur d'eau à travers les pores, et le transport de l'eau liée (basée sur le gradient de potentiel chimique). Cette loi a permis de prédire convenablement le comportement de différents systèmes expérimentaux de la littérature.

Le transport de l'eau liée est donc un phénomène complexe, qui génère encore de vives controverses.

Le PVC produit par INEOS contient très peu d'eau liée (comme montré par les équilibres d'adsorption présentés dans la section 2.2.2 page 57), le phénomène de migration de l'eau liée sera donc négligé dans la suite de cette étude.

#### **Transfert de chaleur.**

Le transfert de chaleur à l'intérieur d'une particule s'effectue par conduction à travers la couche solide, ou à travers les pores (couche de gaz et de liquide). L'hétérogénéité de la particule (notamment le fait que le réseau de pores soit tortueux) rend ce phénomène difficile à quantifier. En première approximation, de nombreuses études considèrent que la particule et l'ensemble des fluides contenus dans ses pores sont à l'équilibre thermique (égalité des températures) et que le transfert thermique interne se fait seulement par conduction dans le solide.

#### **3.3.3 Modélisation du séchage thermique.**

La modélisation du séchage de particules poreuses, et en particulier du PVC, a fait l'objet d'un certain nombre d'études (Mezhericher et al., 2010b). La plupart de ces études ont choisi de modéliser le séchage à l'échelle d'une particule à l'aide d'un modèle dit du "noyau rétrécissant" (Agarwal et al., 1986) (Abuaf and Staub, 1986) (Cheong et al., 1986) et (Levi-Hevroni et al., 1995). Ils considèrent que l'évaporation a lieu à la surface d'un noyau humide, appelé front d'évaporation, séparant la particule en deux zones distinctes :

- un noyau humide, contenant l'ensemble de l'humidité de la particule,
- et, une croute sèche, à travers laquelle la chaleur ainsi que la vapeur d'eau se propagent.

Le principe et l'étude de ce type de modèle sera détaillé dans le chapitre 6 page 147.

### 3.4 Conclusion.

A partir de cette analyse bibliographique, nous pouvons tirer les constatations suivantes :

- Le séchage est un phénomène largement étudié dans la bibliographie, cependant peu d'études ont été portées sur la cinétique du séchage du PVC à l'échelle de la particule. Il est donc intéressant de mettre en place un dispositif expérimental permettant d'accéder à ces données, afin d'évaluer l'influence des différents paramètres opératoires.
- Les transferts (de matière, de chaleur, et de quantité de mouvement) convectifs externes à la particule sont connus, et on dispose d'un grand nombre de corrélations pour les modéliser.
- Les mécanismes de transfert interne de l'humidité sont complexes et généralement dirigés par plusieurs phénomènes physiques couplés. La plupart peuvent être décrits par une loi de Fick. Mais la détermination des coefficients de diffusion associés à chaque phénomène peut nécessiter des études complémentaires en fonction du grand nombre de paramètres agissant sur ces mécanismes.
- Le procédé de séchage est une étape présente dans la majorité des secteurs d'activité de l'industrie chimique. Il existe donc un grand nombre de technologies de séchoir adaptées aux spécificités des produits à sécher. Encore aujourd'hui, de nouveaux appareils et/ou techniques sont mis au point avec des performances énergétiques toujours plus importantes.

En conclusion, pour atteindre l'objectif de ce travail de recherche, c'est à dire réduire la consommation énergétique du procédé de séchage thermique, et donc optimiser le procédé de séchage thermique, il est nécessaire de connaître l'influence des différents paramètres opératoires (débit, température et humidité de l'air) sur les performances des séchoirs. Pour cela, il faut maîtriser les effets de ces paramètres sur les différents phénomènes physiques ayant lieu durant le séchage. Comme vu précédemment, lors du séchage de particules poreuses, il faut considérer à la fois les transferts externes aux particules et les transferts internes aux particules. Les transferts externes dépendent de l'hydrodynamique du système et peuvent donc être étudiés d'un point de vue macroscopique. Cependant, nous avons vu que les transferts internes aux particules peuvent être nombreux et de natures différentes et dépendent de la morphologie et des propriétés physico-chimiques des particules. Pour caractériser ces transferts internes, il est donc primordial d'étudier le phénomène de séchage à l'échelle d'une particule de PVC, avant d'étudier le procédé de séchage d'un point de vue macroscopique.

La seconde partie de ces travaux de recherche est donc consacrée à l'obtention des données cinétiques du séchage à l'échelle d'une particule de PVC (échelle microscopique). Pour ce faire, nous avons mis en place un montage expérimental à l'échelle du laboratoire (échelle mésoscopique), dont l'hydrodynamique est maîtrisée. Ce montage nous permet de simplifier le problème et de déterminer la vitesse de séchage d'une particule de PVC en fonction des paramètres opératoires. A partir des résultats expérimentaux obtenus et de la modélisation de ce dispositif expérimental, nous établissons une loi cinétique du séchage d'un grain de PVC.

L'étude et la modélisation du procédé industriel font l'objet de la dernière partie de ce travail. La loi cinétique obtenue à l'échelle d'une particule est extrapolée à un ensemble de particules et injectée dans différents modèles simulant le séchoir pneumatique. Les résultats de ces modèles à l'échelle macroscopique sont comparés à des mesures effectuées

### 3.4. CONCLUSION.

---

directement sur le séchoir industriel. Finalement, ces modèles nous permettent d'évaluer l'effet des différents paramètres opératoires sur les performances du séchoir pneumatique, et d'optimiser son mode de fonctionnement. En pratique, pour réduire la consommation énergétique, nous proposons une nouvelle méthode de conduite du procédé.

## Deuxième partie

# Etude de la cinétique de séchage à l'échelle du grain.





## Chapitre 4

# Matériel et méthodes.

### Sommaire

---

<b>4.1</b>	<b>La veine de séchage. . . . .</b>	<b>95</b>
4.1.1	Description de l'installation. . . . .	95
	Métrologie. . . . .	95
4.1.2	Protocole expérimental et exemples de résultats. . . . .	96
<b>4.2</b>	<b>Le lit fluidisé à immersion. . . . .</b>	<b>98</b>
4.2.1	Description de l'installation. . . . .	98
	Production de vapeur d'eau. . . . .	99
	Métrologie. . . . .	99
4.2.2	Protocole expérimental et méthode d'exploitation. . . . .	101
	Propriétés physiques des billes de verre. . . . .	102
4.2.3	Plages de mesures. . . . .	102
4.2.4	Exemple type de résultats. . . . .	103
4.2.5	Définitions des temps caractéristiques. . . . .	105
4.2.6	Temps de réponse des sondes hygrométriques. . . . .	106
	Fonction de transfert associée à la sonde hygrométrique. . . . .	108
<b>4.3</b>	<b>Comparaison des dispositifs expérimentaux. . . . .</b>	<b>110</b>
<b>4.4</b>	<b>Conclusion. . . . .</b>	<b>112</b>

---

---

L'objectif de ce travail réside dans la mise au point de modèles aptes à simuler le fonctionnement des séchoirs industriels. Il nécessite l'intégration des données concernant :

- les isothermes de sorption (équilibre),
- les propriétés thermophysiques et texturales des produits,
- les cinétiques de transfert de masse et de chaleur à l'échelle du grain (cinétique intrinsèque de séchage),
- les comportements hydrodynamiques du gaz et des particules solides dans les séchoirs.

Concernant la cinétique intrinsèque de séchage, il s'agit de réaliser des expériences de laboratoire destinées à l'acquisition des données tout en simulant au mieux les conditions auxquelles sont soumis les produits dans les procédés industriels.

Parmi les différentes techniques, l'utilisation de la fluidisation gazeuse offre de nombreux avantages :

- les vitesses de transferts de matière et de chaleur sont élevées, grâce aux bons contacts entre les particules et le gaz,
- le mélange du solide est intense et permet une homogénéité de température du lit, et donc un bon contrôle de celle-ci.

Parmi les inconvénients, on peut toutefois citer les phénomènes d'attrition.

Même si la fluidisation n'est pas retenue comme le procédé optimal pour le séchage de certains produits, elle reste un outil de laboratoire performant pour obtenir les cinétiques intrinsèques de séchage. En effet, compte tenu de la bonne qualité du mélange des particules, les échantillons prélevés seront représentatifs de l'ensemble du lit et seront constitués de particules ayant toutes subi un traitement thermique homogène. Comme les vitesses de transferts externes de chaleur et de matière sont intenses et connues, il est donc possible d'accéder au mécanisme de transfert interne de l'humidité dans les particules.

Afin d'étendre l'utilisation de la fluidisation, les travaux de notre équipe de recherche ont permis le développement d'une méthode dont le principe consiste à immerger les particules à traiter, fines ou grosses et difficilement fluidisables, dans un lit fluidisé constitué de particules inertes et chaudes. Les fines particules cohésives et humides seront ainsi facilement manipulables. En fonction de la vitesse du gaz, en fin de séchage, la couche sera bien mélangée ou présentera une ségrégation qui pourra être utilisée pour soutirer les fines de la couche.

La cinétique de séchage est étudiée en immergeant dans un lit fluidisé de billes de verre chaud de  $320\ \mu\text{m}$  de diamètre moyen, une faible quantité de gâteau de centrifugation. La présence de grosses particules permet de supprimer les phénomènes d'agglomération dus à la présence de ponts liquides entre les particules mouillées de PVC.

Dans le but de démontrer la performance de cette technique une étude préalable a été menée dans une veine de séchage convectif.

Dans ce chapitre, nous allons présenter le principe de fonctionnement et la métrologie des dispositifs expérimentaux employés pour l'acquisition des données cinétiques. La comparaison entre les résultats obtenus dans les deux dispositifs testés (lit fluidisé à immersion et veine de séchage) a permis de justifier le choix du lit fluidisé à immersion.

## 4.1 La veine de séchage.

### 4.1.1 Description de l'installation.

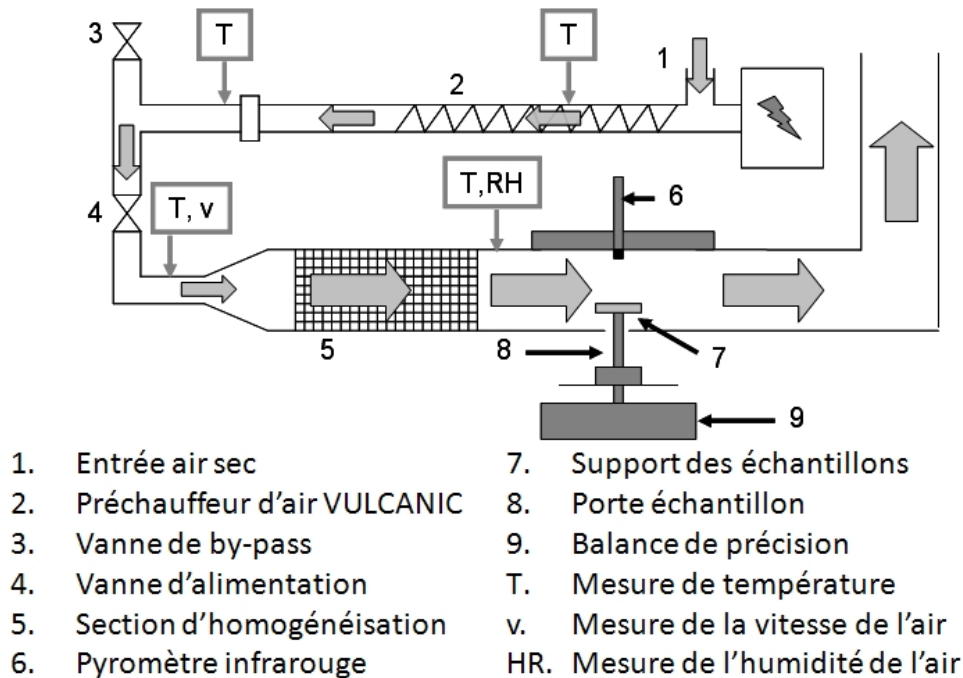


FIGURE 4.1 – La veine de séchage convectif.

La veine de séchage, représentée sur la Figure 4.1, permet de simuler le fonctionnement d'un séchoir convectif à l'échage simple. Dans ce type de séchoir, le gaz chaud circule essentiellement à la surface du produit disposé en couche mince sur des plateaux. La veine de séchage est divisée en trois sections :

- une section de préchauffage, où l'air est amené à la température voulue par le biais d'un préchauffeur d'air VULCANIC de 2 mètres de longueur et d'une puissance nominale de 2000 W (modèle 10706-76), équipé d'un régulateur PID,
- une section remplie de garnissage (anneaux de Rashig en verre), servant à homogénéiser la vitesse et la température de l'air à l'entrée de la section de mesure (chambre de séchage),
- une chambre de séchage, où l'échantillon à sécher est placé sur un support en PVC rigide. La face supérieure de la chambre de séchage est constituée d'une fenêtre transparente en polyméthacrylate de méthyle (PMMA) permettant de visualiser l'échantillon pendant l'essai.

La veine est équipée de deux vannes (éléments 3 et 4 sur la Figure 4.1) permettant de réguler le débit d'air, et de court-circuiter le courant d'air vers l'atmosphère notamment pour pouvoir disposer l'échantillon dans la chambre de séchage. L'ensemble de la veine de séchage est calorifugé pour éviter les pertes thermiques.

### Métrologie.

La veine de séchage est équipée de plusieurs capteurs pour mesurer les propriétés (température, humidité et vitesse) de l'air dans la chambre de séchage.

La température de l'air est mesurée en différents points de la veine par des thermocouples, et la vitesse de l'air est mesurée à l'aide d'un tube de Pitot (Kimo type L avec TCK) placé au centre de la gaine en amont de la section d'homogénéisation. Connaissant la température et la section de la veine au point de mesure et dans la chambre de séchage, et sachant que le débit massique se conserve, on peut déterminer la vitesse de l'air dans la chambre de séchage. La validité de la mesure du tube de Pitot a été vérifiée en modifiant sa position radiale.

Un pyromètre laser (Keller, Cellatemp CA PQ-14), installé au dessus de la chambre de séchage permet de mesurer la température de surface de l'échantillon. Un logiciel fourni par la société Keller permet d'enregistrer en temps réel cette température.

L'évolution de la masse de l'échantillon au cours du séchage est suivie grâce à une balance de précision (Metler Toledo, AT261 +/- 0,1 mg, France) reliée à un système d'acquisition. Ces enregistrements nous permettent de déterminer l'évolution de l'humidité du produit,  $X$ , au cours du temps.

$$X(t) = \frac{m_p(t) - m_p^0}{m_p^0}, \quad (4.1)$$

avec,  $m_p^0$ , la masse de l'échantillon anhydre, et  $m_p(t)$ , la masse de l'échantillon à l'instant  $t$ .

L'air utilisé provient du réseau du laboratoire, il est préalablement séché en sortie de compresseur. Toutefois, l'humidité de l'air est mesurée à titre indicatif par un hygromètre capacitif en entrée de la chambre de séchage.

Ce système expérimental nous permet donc de mesurer l'évolution au cours du temps de la teneur en eau et de la température de surface d'un échantillon placé dans un flux d'air de vitesse et de température imposées.

##### 4.1.2 Protocole expérimental et exemples de résultats.

La mise en service de la veine de séchage se fait en respectant scrupuleusement les étapes suivantes :

- Tarage de la balance.
- Démarrage du pyromètre.
- Ouverture de l'alimentation en air.
- Mise sous tension du préchauffeur d'air.
- Etablissement du régime permanent (cette étape peut durer plusieurs heures).
- Préparation de l'échantillon sur le support.
- By-pass de l'air de séchage.
- Installation de l'échantillon dans la chambre de séchage.
- Démarrage du système d'acquisition des données.
- Remise en circulation de l'air de séchage.

La Figure 4.2 présente les résultats du séchage d'un échantillon de 2,6 grammes de PVC D (humidité initiale 0,37 kg d'eau / kg de PVC sec) dans un flux d'air, dont la vitesse et la température sont respectivement de  $0,27 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$  et de  $50^\circ\text{C}$ .

Dans un premier temps, on remarque que la durée de l'opération est très longue (environ 1700 secondes) en comparaison avec celle rencontrée dans le procédé industriel (environ une seconde).

Sur cette Figure, on peut distinguer :

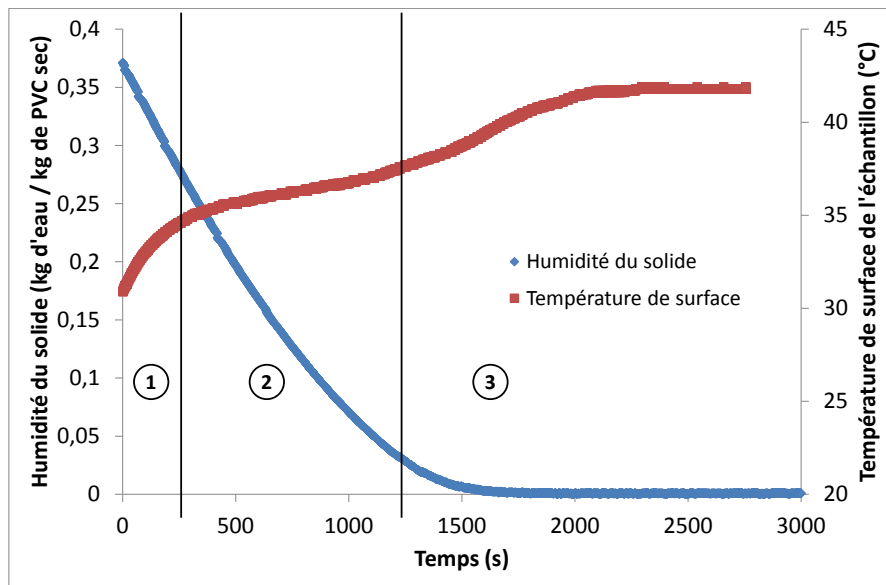


FIGURE 4.2 – Exemple de résultats expérimentaux obtenus avec la veine de séchage : Evolution de l'humidité et de la température d'un échantillon de PVC D en fonction du temps de séchage (Masse de l'échantillon : 2,6 g. Vitesse de l'air :  $0,27 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ . Température de l'air :  $50^\circ\text{C}$ ).

- Une période d'initiation (1), caractérisée par une montée rapide de la température.
- Une période de séchage à vitesse constante (2), caractérisée par une diminution quasi-linéaire de l'humidité du produit et par la présence d'un pseudo-palier de température. L'augmentation de la température observée pendant cette période peut être attribuée à la formation d'une couche de particules solides sèches à la surface de l'échantillon.
- Une période de séchage à vitesse décroissante (3), caractérisée par un ralentissement de la vitesse de séchage qui se traduit par une montée de température de l'échantillon, jusqu'à établissement de l'équilibre thermique lorsque l'échantillon est complètement sec.

## 4.2 Le lit fluidisé à immersion.

Le principe de ce dispositif expérimental repose sur l'injection d'une faible masse de produit humide (environ 3 g de cake) dans un lit fluidisé constitué de grosses particules inertes et chaudes : ici nous avons utilisé des billes de verres. La masse de billes de verres constituant le lit est d'environ 1,3 kg. Les bonnes propriétés d'agitation et de mélange d'un lit fluidisé permettent d'assurer une dispersion quasi-parfaite du cake dans le lit.

### 4.2.1 Description de l'installation.

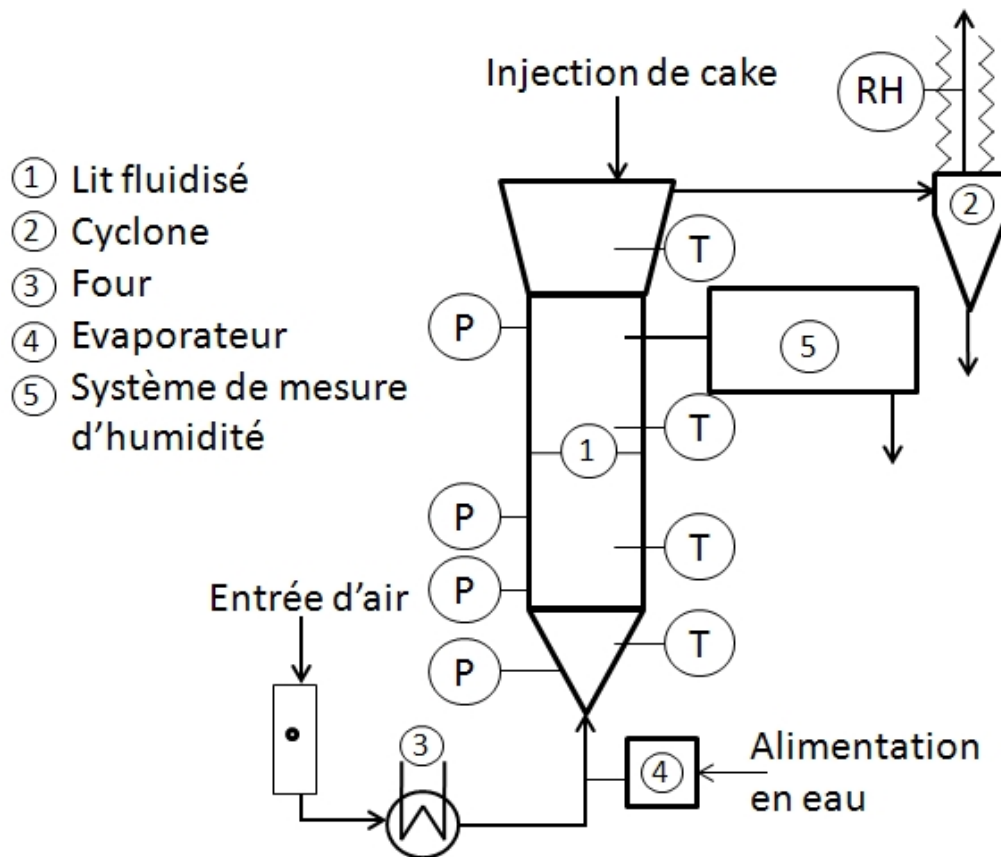


FIGURE 4.3 – Le lit fluidisé à immersion.

Le lit fluidisé à immersion, représenté sur la Figure 4.3, est constitué d'une section cylindrique en pyrex de 10 cm de diamètre et de 40 cm de haut. La nature transparente des parois permet de visualiser les phénomènes ayant lieu à l'intérieur du lit. Au dessus de la colonne on trouve une section tronconique en acier inoxydable de 20 cm de haut, appelée zone de désengagement permettant d'éviter l'envol de particules en réduisant la vitesse de l'air. Cette partie est fermée par un couvercle, et équipée d'une vanne, permettant l'injection des échantillons de cake. En sortie de séchoir, l'air passe par un cyclone (de 5 cm de diamètre et de 20 cm de haut) permettant de récupérer les fines particules éventuellement entraînées. La base du séchoir est équipée d'une section conique en acier inoxydable, appelée la boîte à vent, dont le rôle est d'homogénéiser le flux gazeux avant son introduction dans le lit. La distribution du gaz au sein du lit est assurée grâce à une plaque perforée de 96 trous de 1 mm de diamètre, organisés selon une maille triangulaire

de 10 mm de pas. La porosité du distributeur est de 1%. Afin d'éviter le pleurage de fines particules à travers le distributeur, une toile métallique de grande porosité et de faible ouverture est placée sur la face inférieure du distributeur. L'air sec provient du réseau du laboratoire, son débit est mesuré, après détente, à l'aide d'un rotamètre à flotteur (8-RS-8). En sortie du rotamètre, l'air traverse un échangeur de chaleur de 4 kW de puissance électrique. Dans le but de faire varier l'humidité de l'air en entrée du séchoir, un courant de vapeur d'eau de débit variable est introduit en sortie de l'échangeur et avant la boîte à vent. Notons que la température du séchoir est régulée grâce à un régulateur PID qui commande la puissance de l'échangeur.

### Production de vapeur d'eau.

La production de vapeur d'eau est assurée par le dispositif représenté sur la Figure 4.4. Il est constitué d'une résistance électrique de 100 Watts insérée dans un fourreau. Elle est équipée d'un variateur de puissance qui permet d'imposer la température de la surface de l'élément chauffant. L'alimentation en eau distillée est assurée par une pompe de type microdoseur (Liquid Metronics - Modèle : CEA973-353SM). L'entraînement de la vapeur d'eau formée vers l'alimentation du séchoir est facilité par l'injection d'un faible courant d'air sec, dont le débit est mesuré par un débitmètre à billes (Carboloy).

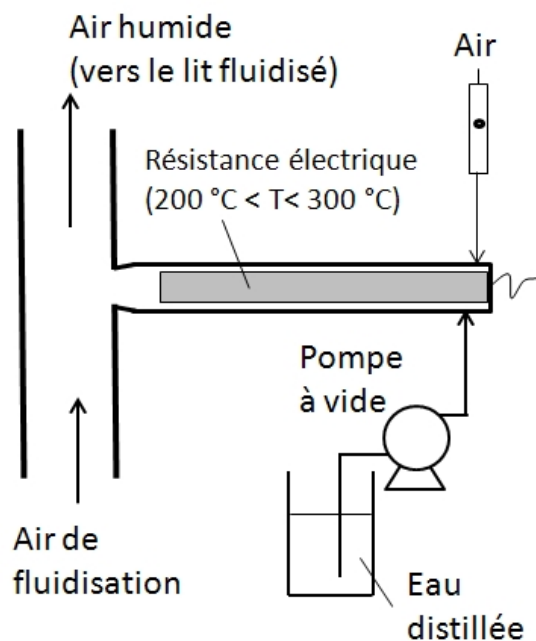


FIGURE 4.4 – Dispositif d'humidification de l'air (évaporateur).

### Métrologie.

Comme indiqué sur la Figure 4.3, le lit fluidisé est équipé de divers capteurs de pression et de température installés dans la boîte à vent, dans le lit, et au dessus du lit fluidisé. Les capteurs de pression (Keller - Modèle PR33X - Gamme 0 - 0,5 bar) permettent de vérifier l'état de fluidisation du lit. Les thermocouples (PR Electronics - Modèle DEMKO99 - précision : 0,1°C) permettent, bien entendu, de connaître la température de séchage, mais

#### 4.2. LE LIT FLUIDISÉ À IMMERSION.

aussi de vérifier l'isothermicité du lit. Les prises de pression sont situées en paroi du lit fluidisé, alors que les thermocouples sont placés au centre du lit.

Afin de suivre le processus de séchage, le lit est équipé de deux hygromètres de type capacitif :

- Le premier, de type VAISALA - DMT345, mesure l'humidité de l'air juste en sortie du lit. Afin de réaliser les mesures dans les conditions opératoires données, la sonde est installée dans une chambre de mesure (décrite ci-dessous). Notons que le principe de mesure repose sur la détermination de la température de rosée de l'air.
- Le second, de type KIMO - TH200-BO/STHID150, mesure l'humidité relative de l'air et est installé en sortie gaz du cyclone. Afin d'éviter les phénomènes de condensation, la conduite de sortie de cyclone est chauffée par des cordons chauffants.

Les différents capteurs sont reliés à un enregistreur Honeywell eZtrend QXe, permettant d'enregistrer l'évolution des grandeurs opératoires au cours du temps avec une fréquence d'acquisition de 10 Hz.

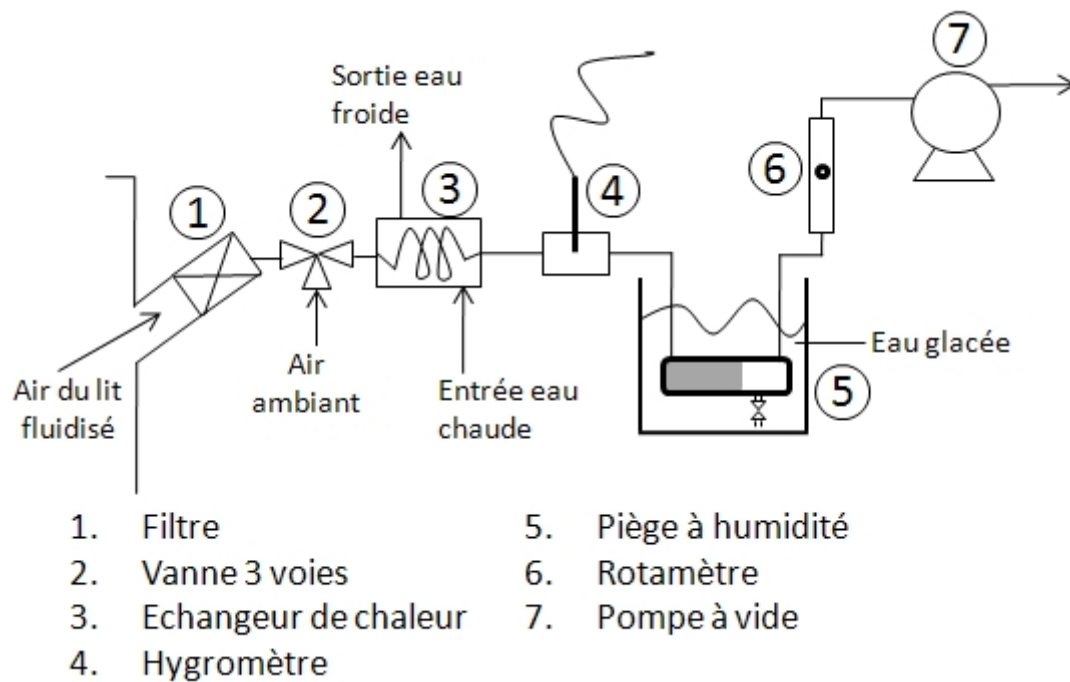


FIGURE 4.5 – Dispositif de prélèvement et de conditionnement de l'air humide.

Dans le but d'effectuer les mesures d'humidités dans des conditions de température et de vitesse d'air données, et ce, quelles que soient les conditions opératoires du séchoir, nous avons conçu et mis au point un dispositif de prélèvement et de conditionnement de l'air humide. Ce dispositif, présenté sur la Figure 4.5, est composé :

- d'une pompe à vide (7), permettant d'aspirer l'air humide sortant du lit fluidisé, le débit étant fixé par le rotamètre (6),
- d'un filtre (1), pour éviter la présence de particules solides dans la chambre de mesure,
- d'une vanne trois voies (2), permettant d'isoler ce système du reste du pilote expérimental,
- d'un échangeur de chaleur (3), permettant de fixer la température de l'air à l'entrée de la chambre de mesure,



- d’une chambre de mesure calorifugée (4), à l’intérieur de laquelle est placé l’hygromètre,
- d’un piège à humidité, qui permet d’éviter la condensation dans le rotamètre et dans la pompe à vide. Il est constitué d’une colonne cylindrique partiellement remplie de garnissage (copeaux de métal), et placé dans un bain d’eau glacée. Ce piège est équipé d’une vanne de purge.

#### 4.2.2 Protocole expérimental et méthode d’exploitation.

La mise en marche du lit fluidisé se fait en respectant les étapes suivantes :

- Ouverture des alimentations d’air (air de fluidisation et air de l’évaporateur).
- Mise en route des éléments chauffants (échangeurs de chaleur, résistance, cordons chauffants).
- Purge du piège à humidité.
- Mise en route de la pompe microdoseur.
- Positionnement de la vanne trois voies sur l’aspiration d’air ambiant.
- Mise en route de la pompe à vide.
- Mise en route de l’enregistreur.
- Etablissement du régime permanent (entre une et deux heures).
- Positionnement de la vanne trois voies sur l’aspiration d’air sortant du lit fluidisé.
- Injection de l’échantillon de cake dans le séchoir.

Notons que la cinétique de séchage n’a pas pu être réalisée par le prélèvement d’échantillons solides du lit et ce à cause de la rapidité de l’opération de séchage. La durée d’une expérience est de l’ordre d’une minute.

On évalue donc l’évolution de l’humidité du solide à partir de l’évolution de l’humidité de l’air sortant du lit. Suivant l’hygromètre utilisé on obtient soit l’évolution temporelle de l’humidité absolue de l’air, soit l’évolution temporelle de l’humidité relative de l’air. Connaissant la température de l’air (mesurée également par les hygromètres), on peut facilement convertir l’humidité relative en humidité absolue (équation A.10 page 251).

A partir de l’évolution temporelle de l’humidité absolue, on peut déterminer l’évolution temporelle du débit de séchage,  $W_{drying}$ , en  $\text{kg} \cdot \text{s}^{-1}$  :

$$W_{drying}(t) = F_g^0 \cdot (Y(t) - Y_e), \quad (4.2)$$

avec,  $Y_e$ , l’humidité absolue de l’air en entrée de séchoir, mesurée avant l’introduction de l’échantillon,  $Y(t)$ , l’humidité absolue de l’air au temps  $t$ , et,  $F_g^0$ , le débit massique d’air sec.

Par intégration, on peut en déduire la quantité d’eau évaporée pendant le temps  $t$ ,  $m_{eau}^{evap}(t)$ , et la quantité totale d’eau évaporée pendant l’essai,  $m_{eau}^{evap}(\infty)$  :

$$m_{eau}^{evap}(t) = \int_0^t W_{drying} \cdot dt, \quad (4.3)$$

$$m_{eau}^{evap}(\infty) = \int_0^{t_{fin}} W_{drying} \cdot dt, \quad (4.4)$$

avec  $t_{fin}$ , le temps de fin de l’expérience, c’est à dire le temps où  $Y(t_{fin}) = Y_e$ .

## 4.2. LE LIT FLUIDISÉ À IMMERSION.

On déduit donc l'humidité moyenne instantanée de l'échantillon solide,  $X(t)$ , par la relation suivante :

$$X(t) = \frac{\text{masse d'eau présente dans l'échantillon}}{\text{masse de l'échantillon anhydre}} = \frac{m_{eau}^{evap}(\infty) - m_{eau}^{evap}(t)}{m_{ech} - m_{eau}^{evap}(\infty)}, \quad (4.5)$$

avec,  $m_{ech}$ , la masse de l'échantillon humide injecté.

La comparaison entre l'humidité de l'échantillon calculée par cette méthode et celle obtenue par la mesure directe (la perte de masse des échantillons placés dans une étuve ventilée à 50°C pendant 24 heures) a montré une erreur inférieure à 5%.

### Propriétés des billes de verre (média fluidisé) et des particules de PVC sec.

Tableau 4.1 – Tailles caractéristiques des billes de verre utilisées et des différents grades de PVC (granulomètre MALVERN Mastersizer 2000 avec le module Scirocco 2000).

	Billes de Verre	PVC A	PVC B	PVC C	PVC D
$d_{50}$ ( $\mu\text{m}$ )	323,9	146,6	160,4	173,5	150,0
$d_{10}$ ( $\mu\text{m}$ )	233,1	105,6	116,1	124,5	108,9
$d_{90}$ ( $\mu\text{m}$ )	450,5	202,5	221,9	240,9	206,3
Span (-)	0,671	0,661	0,660	0,671	0,649
$d_{[3,2]}$ ( $\mu\text{m}$ )	313,9	142,0	155,5	168,0	145,5
$d_{[4,3]}$ ( $\mu\text{m}$ )	334,5	151,2	165,6	179,2	154,6
$\phi$ (-)	0,938	0,939	0,939	0,938	0,941
$\rho_p$ ( $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ )	2440	990,8	994,4	935,3	980,6
$U_{mf}$ ( $\text{cm} \cdot \text{s}^{-1}$ )	9,1	0,824	0,756	0,860	0,570
$U_{mb}$ ( $\text{cm} \cdot \text{s}^{-1}$ )	9,1	1,43	1,43	1,58	1,38
$U_t$ ( $\text{cm} \cdot \text{s}^{-1}$ )	242,5	51,1	47,4	52,4	31,4

La distribution granulométrique et les diamètres caractéristiques des billes de verre sont présentés sur la Figure 4.6 et dans le Tableau 4.1. Dans ce tableau sont aussi regroupées la masse volumique et les vitesses caractéristiques de ce lot de solide. La vitesse minimale de fluidisation a été déterminée expérimentalement à température ambiante, alors que la vitesse terminale de chute libre a été calculée par la relation d'Haider et Levenspiel. Dans ce Tableau, on rappelle aussi les propriétés des différents grades de PVC présentés dans le Chapitre 2 Section 2.4 page 63.

### 4.2.3 Plages de mesures.

Les plages de mesures des différents paramètres opératoires sont choisies en fonction des caractéristiques des particules de PVC et des billes de verre.

La plage de température choisie est de 30 à 60 °C. Pour une température supérieure à 70°C, la surface des grains de PVC devient collante, ce qui peut conduire à l'agglomération du lit.

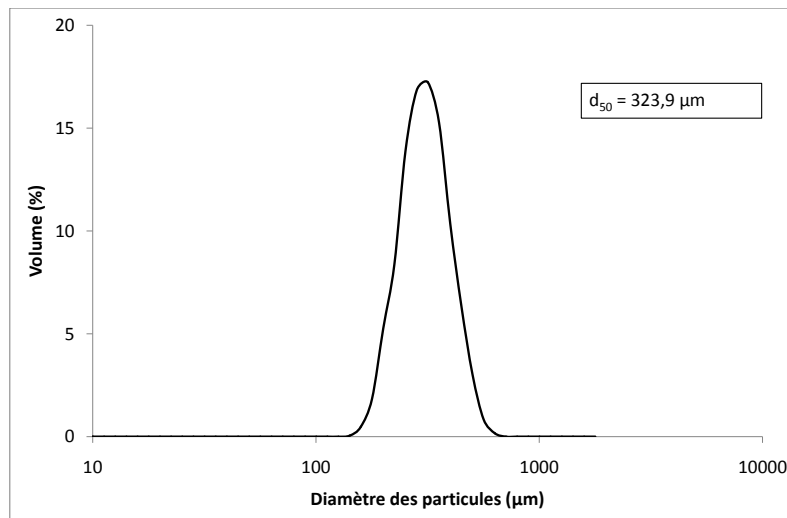


FIGURE 4.6 – Distribution granulométrique des particules de billes de verre (média fluidisé).

La plage de vitesse de l'air est choisie en se basant sur les vitesses caractéristiques des particules de PVC et des billes de verre. En effet, on doit imposer une vitesse d'air supérieure à la vitesse minimale de fluidisation des billes de verre ( $9,1 \text{ cm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) et inférieure à la vitesse terminale de chute libre des particules de PVC ( $51,4 \text{ cm} \cdot \text{s}^{-1}$  pour le PVC A). La plage de vitesse retenue est donc de  $25$  à  $40 \text{ cm} \cdot \text{s}^{-1}$ , ce qui correspond à 3 et 4,5 fois la vitesse minimale de fluidisation des billes de verre ou encore à un débit massique d'air de  $7,7$  à  $12,5 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$ .

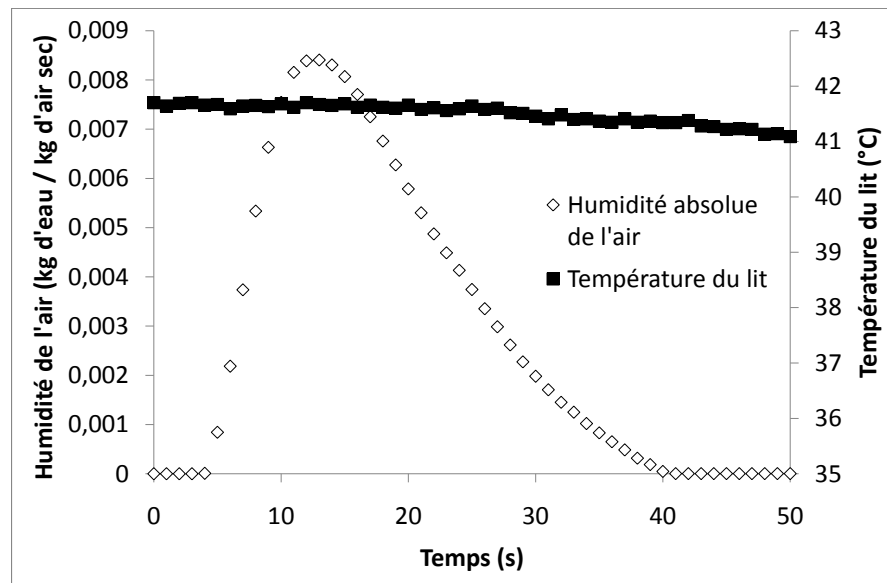
L'influence de l'humidité relative de l'air est étudiée entre 0 et 50%. Pour des valeurs plus élevées, nous avons remarqué un fonctionnement instable du système de production de la vapeur d'eau, ainsi qu'une condensation partielle de l'humidité dans l'installation.

#### 4.2.4 Exemple type de résultats.

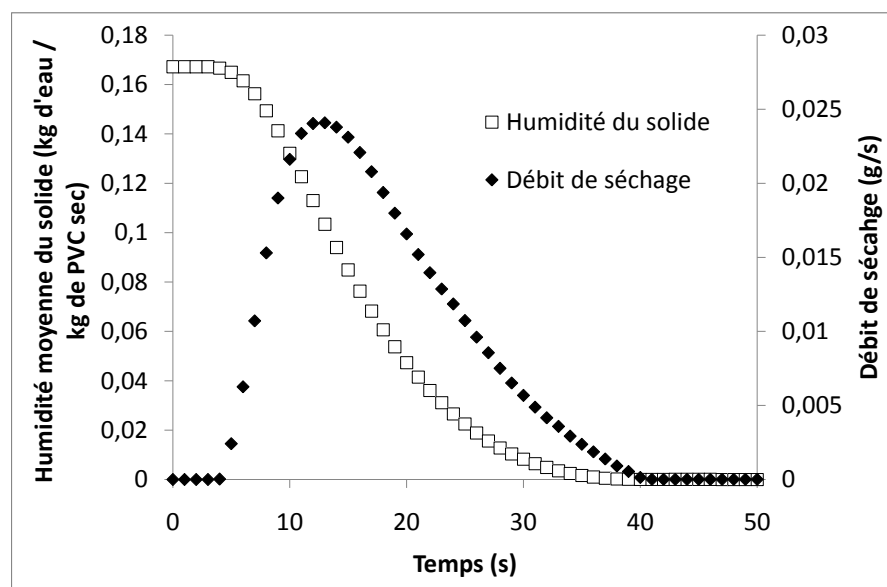
La Figure 4.7 montre un exemple type de résultats de séchage du PVC A dans le lit fluidisé à immersion, dont les conditions opératoires sont données dans le Tableau 4.2. La Figure 4.7(a) représente les données brutes : l'évolution de l'humidité absolue de l'air et de la température du lit, alors que la Figure 4.7(b) représente les grandeurs calculées : l'évolution de l'humidité moyenne de l'échantillon solide et du débit de séchage. Le début de l'expérience correspond au temps où l'échantillon est injecté dans le séchoir.

On constate que la durée d'une expérience est très courte (environ 40 secondes) par rapport aux expériences réalisées dans la veine de séchage, alors que la masse de l'échantillon de cake injecté est plus importante. Ceci est dû à l'augmentation de la surface d'échange résultant de la meilleure dispersion de l'échantillon d'une part et à une plus grande intensité des transferts externes en lit fluidisé d'autre part.

#### 4.2. LE LIT FLUIDISÉ À IMMERSION.



(a) Evolution de l'humidité absolue de l'air et de la température du lit au cours de l'expérience (données brutes).



(b) Evolution de l'humidité moyenne de l'échantillon solide et du débit de séchage au cours de l'expérience.

FIGURE 4.7 – Exemple de résultats obtenus (Masse de cake : 2,9 g de PVC A - Débit d'air : 10,8 kg/h - Température du lit 40°C - Humidité de l'air : 0,2 g d'eau / kg d'air sec).

Tableau 4.2 – Paramètres opératoires de l'exemple type de résultats (Figure 4.7).

Propriétés de l'échantillon.		
Grade utilisé	PVC A	
Masse de l'échantillon humide	2,9	g
Masse de billes de verre	3,4	g
Humidité initiale	0,165	kg d'eau / kg de PVC sec
Conditions opératoires.		
Débit d'air sec	10,8	kg/h
Humidité initiale	0,2	g d'eau / kg d'air sec
Température du lit	41,5	°C

La Figure 4.7 montre :

- que la forme de l'évolution de l'humidité absolue de l'air est "en cloche" (Figure 4.7(a)). On observe une montée rapide de l'humidité et une descente plus lente,
- qu'il y a un retard de quelques secondes (environ 3 secondes) en début d'expérience, dont l'origine est attribuée au temps de chute de l'échantillon dans le lit et au temps nécessaire pour que l'air humide parcoure la distance entre la surface du lit fluidisé et la cellule de mesure.

Le séchage de l'échantillon a été effectué dans des conditions isothermes. En effet, la variation de la température du lit reste inférieure à 1°C au cours de l'essai.

En ce qui concerne l'évolution de l'humidité moyenne de l'échantillon, la Figure 4.7(b) montre :

- un retard en début d'opération (similaire à celui observé sur l'évolution de l'humidité absolue de l'air),
- une diminution rapide et quasi-linéaire de l'humidité moyenne des particules de PVC entre 3 et 20 secondes,
- et, une diminution de la vitesse de séchage au delà de 20 secondes, jusqu'à ce que l'échantillon soit complètement sec.

Le débit de séchage a une évolution similaire à l'humidité absolue de l'air, comme attendu d'après l'Equation 4.2 (page 101).

#### 4.2.5 Définitions des temps caractéristiques.

Afin de comparer les différentes expériences entre elles, nous avons défini les temps caractéristiques suivants, représentés sur la Figure 4.8 :

- $t_{75}$ , correspondant au temps nécessaire pour que  $\frac{X}{X_0} = 0,75$ ,
- $t_{50}$ , correspondant au temps nécessaire pour que  $\frac{X}{X_0} = 0,5$ ,
- $t_{25}$ , correspondant au temps nécessaire pour que  $\frac{X}{X_0} = 0,25$ ,
- $t_{sec}$ , correspondant au temps nécessaire pour que  $\frac{X}{X_0} = 0,05$ ,

avec  $X$  l'humidité moyenne du solide au temps  $t$ , et  $X_0$  l'humidité initiale du solide.

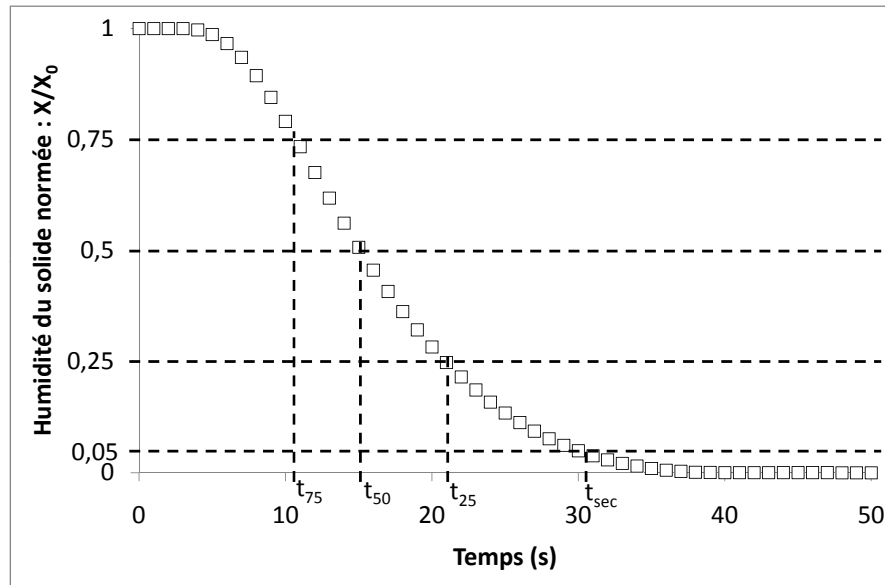


FIGURE 4.8 – Définitions des temps caractéristiques du séchage.

#### 4.2.6 Temps de réponse des sondes hygrométriques.

Une étude préliminaire réalisée sur les hygromètres a montré que leurs temps de réponse n'étaient pas négligeable en regard du temps expérimental. Cette étude a été réalisée en soumettant les deux hygromètres à un échelon d'humidité, c'est à dire en passant d'une atmosphère sèche à une atmosphère humide :

- en tournant la vanne trois voies (voir Figure 4.5) pour l'hygromètre placé dans le système de mesure (hygromètre 1),
- et en retirant subitement la sonde du montage expérimental pour la sonde placée en sortie de cyclone (hygromètre 2).

La Figure 4.9 représente la réponse normée des deux hygromètres soumis à un échelon d'humidité absolue de 0,5 à 10,8 g d'eau / kg d'air sec pour un débit d'air de 13,6 kg · h<sup>-1</sup>.

On constate que les hygromètres ont des temps de réponse comparables à la durée moyenne de nos expériences. Ce retard modifie de façon conséquente nos résultats expérimentaux, il est donc primordial de prendre en compte l'effet de ce paramètre dans l'exploitation de nos résultats cinétiques.

Dans la suite, on distinguera donc :

- la cinétique apparente, donnée par les résultats bruts des hygromètres,
- et la cinétique intrinsèque, la cinétique de séchage réelle dans le lit fluidisé, en éliminant l'effet du retard de la sonde.

La Figure 4.10 montre aussi que le débit d'air de fluidisation a peu d'influence sur le temps de réponse de l'hygromètre 2. En effet, ce long temps de réponse est essentiellement dû au passage de l'air à travers la protection de la sonde, et à l'accumulation d'humidité à

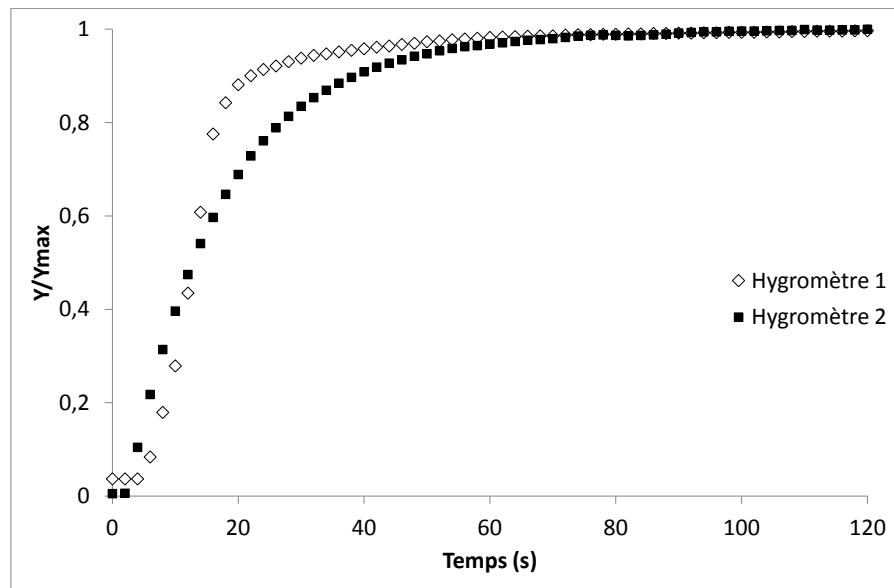


FIGURE 4.9 – Réponse des hygromètres soumis à un échelon d'humidité de 0,5 à 10,8 g d'eau / kg d'air sec avec un débit d'air sec de  $13,6 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$ .

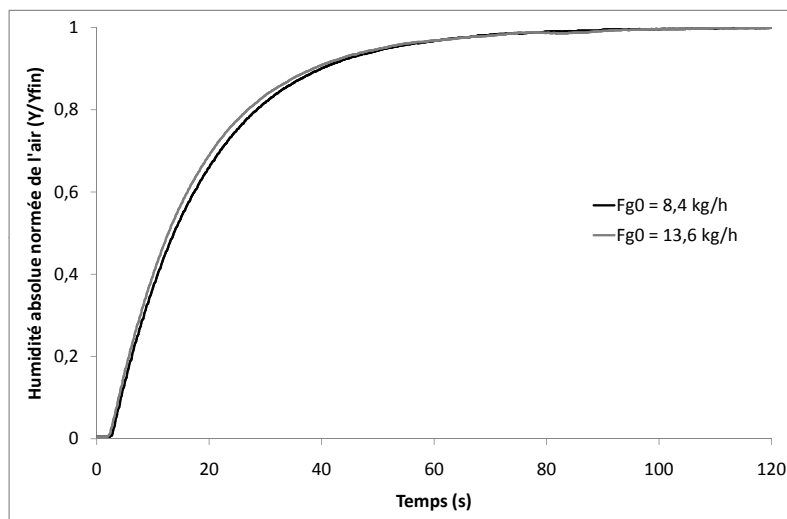


FIGURE 4.10 – Réponses de l'hygromètre 2 soumis à un échelon d'humidité de 0,5 à 10,8 g d'eau / kg d'air sec pour deux débits d'air sec de  $8,4 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$  et  $13,6 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$ .

l'intérieur de cette protection, ce qui est peu affecté par la vitesse de l'air. De plus le dispositif de prélèvement mis en place, permet d'effectuer les mesures d'humidité dans des conditions de température et de vitesses indépendantes des conditions opératoires du lit fluidisé à immersion.

### Fonction de transfert associée à la sonde hygrométrique.

On remarque que les réponses des hygromètres à un échelon d'humidité se composent de deux parties bien distinctes :

- un retard pur dans les premières secondes, semblable au temps de réponse d'un réacteur piston,
- et ensuite, une évolution semblable au comportement d'un réacteur parfaitement agité.

On décide donc de modéliser le temps de réponse de la sonde comme le temps de réponse d'un réacteur piston couplé en série à un réacteur parfaitement agité.

La fonction de transfert d'un réacteur parfaitement agité (RAC) se présente sous la forme suivante :

$$\frac{dY_s}{dt} = \frac{1}{\tau_{RAC}} \cdot (Y_e - Y_s), \quad (4.6)$$

avec  $Y_e$  et  $Y_s$ , les humidités respectives en entrée et en sortie du réacteur, et  $\tau_{RAC}$  la constante de temps associée au réacteur.

La fonction de transfert du réacteur piston est représentée par l'association d'un ensemble de  $n$  réacteurs RAC en cascade ayant une constante de temps  $\tau_{RP}$ .

Les fonctions de transferts associées aux hygromètres seront donc équivalentes à une série de fonctions de transferts de  $n$  RAC de constantes de temps  $\tau_{RP}$  et d'un RAC de constante de temps  $\tau_{RAC}$  (Figure 4.11). Il y a donc trois paramètres à identifier pour représenter la fonction de transfert des sondes :  $n$ ,  $\tau_{RP}$ , et  $\tau_{RAC}$ . Les valeurs de ces paramètres ont été déterminées par identification paramétriques et sont résumées dans le tableau 4.3.

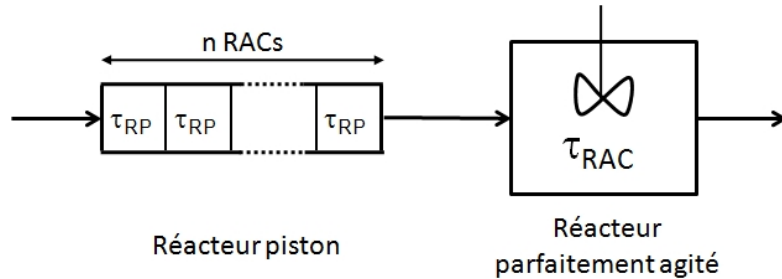


FIGURE 4.11 – Représentation de la fonction de transfert associée aux hygromètres.

Tableau 4.3 – Paramètres des fonctions de transfert associées aux deux hygromètres.

	Hygromètre 1	Hygromètre 2
$n$	4	6
$\tau_{RP}$	0,5	0,5
$\tau_{RAC}$	8	16

La Figure 4.12 compare les résultats obtenus en appliquant un échelon d'humidité à ceux déterminés expérimentalement. On constate une bonne concordance entre les résultats expérimentaux et théoriques. On se servira donc des fonctions de transferts ainsi déterminées pour comparer nos résultats expérimentaux aux résultats obtenus par modélisation.



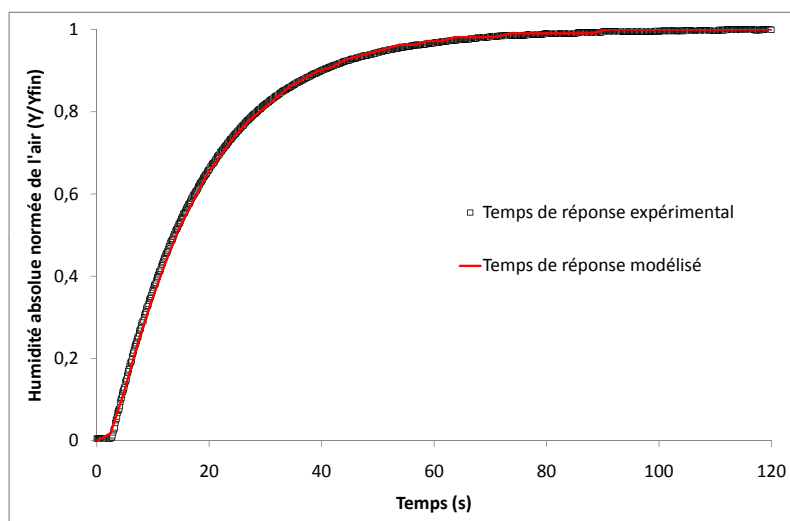


FIGURE 4.12 – Comparaison du temps de réponse de l’hygromètre 2 déterminé expérimentalement et par fonction de transfert.

### 4.3 Comparaison des dispositifs expérimentaux.

La Figure 4.13 présente les résultats de séchage du PVC A obtenus avec les deux dispositifs expérimentaux employés. Les conditions opératoires des expériences réalisées sont résumées dans le Tableau 4.4. La différence entre les essais réalisés dans la veine provient de la disposition de l'échantillon de PVC sur le support. En effet, dans le premier cas l'échantillon est placé sur le support sous la forme d'un échantillon tassé, alors que dans le second, l'échantillon a été dispersé le plus possible sur le support.

Tableau 4.4 – Conditions opératoires des expériences réalisées (comparaison entre les deux dispositifs expérimentaux employés : veine de séchage et lit fluidisé).

Conditions opératoires	Veine de séchage Echantillon tassé	Veine de séchage Echantillon dispersé	Lit fluidisé à immersion
$m_{ech}$ (g)	0,22	0,21	2,9
$X_0$ (kg d'eau/kg de PVC sec)	0,253	0,260	0,238
$T_{air} / T_{lit}$ (°C)	55	55	41,6
$U_g$ (cm/s)	25,0	25,0	32,3

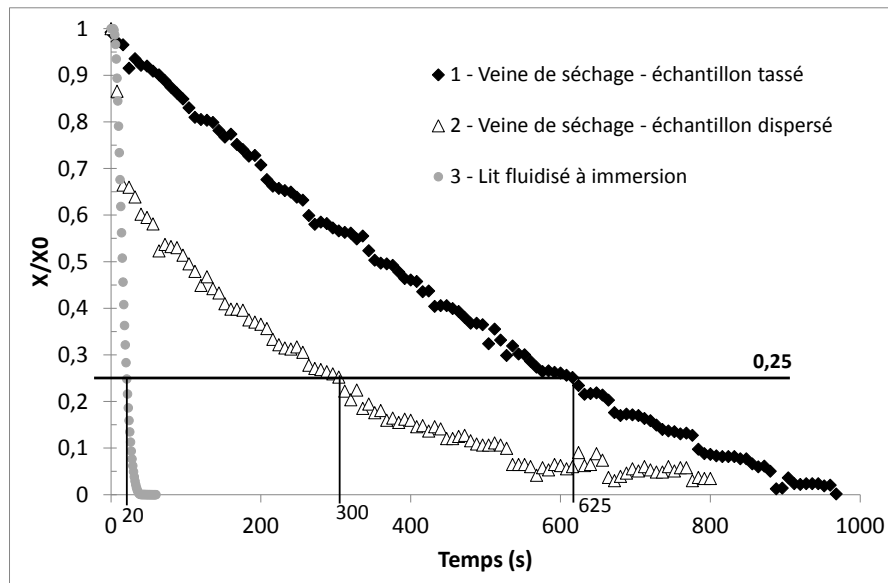


FIGURE 4.13 – Comparaison des dispositifs expérimentaux : Evolution de l'humidité normalisée du PVC en fonction du temps de séchage.

La veine de séchage fonctionne sur le principe du séchage par léchage, donc, dans un premier temps, seule la surface de l'échantillon est soumise au séchage. Une croûte sèche se forme donc en surface, à travers laquelle la vapeur d'eau provenant du reste de l'échantillon doit diffuser. Lorsque l'échantillon est tassé, la longueur de diffusion est plus importante que dans le cas d'un échantillon dispersé, ce qui ralentit le processus de séchage. On constate donc que la disposition de l'échantillon a un effet non négligeable sur la vitesse

de séchage ( $t_{25}$  passe de 625 à 300 secondes). Ces résultats nous amènent à conclure que ce dispositif expérimental n'est donc pas adapté à notre problématique : la détermination de la cinétique de séchage à l'échelle du grain.

En ce qui concerne le temps de séchage de l'expérience réalisée en lit fluidisé à immersion, on note une valeur beaucoup plus faible (environ 20 secondes) malgré une masse d'échantillon dix fois plus importante qu'en veine de séchage. Ceci est dû à deux phénomènes :

- une meilleure dispersion de l'échantillon,
- une grande intensité des transferts externes.

Le lit fluidisé à immersion est donc un dispositif expérimental mieux adapté à notre problématique, car, à l'inverse des dispositifs classiques, il nous permet d'évaluer la cinétique de séchage du PVC à l'échelle du grain.

## 4.4 Conclusion.

On dispose de deux montages expérimentaux permettant d'établir la cinétique de séchage convectif du PVC en poudre :

- La veine de séchage, fonctionnant sur le principe du séchage par léchage. Les résultats ont montré que la cinétique de séchage est très lente et dépend fortement de la masse et de la dispersion de l'échantillon sur le plateau.
- Le lit fluidisé dense à immersion, par contre, permet d'accéder à la cinétique de séchage à l'échelle d'un grain de PVC. Cependant, le temps de réponse des hygromètres est comparable à la durée moyenne des expériences. Ainsi l'exploitation des résultats nécessite une détermination au préalable des fonctions de transfert des sondes.

On utilisera donc le lit fluidisé dense pour déterminer la cinétique de séchage à l'échelle d'une particule de PVC.

## Chapitre 5

# Présentation des résultats expérimentaux.

### Sommaire

---

<b>5.1</b>	<b>Etude préliminaire. . . . .</b>	<b>114</b>
5.1.1	Influence de la masse de l'échantillon - isothermicité du lit. . . .	114
5.1.2	Détermination des coefficients de transferts associés au lit fluidisé à immersion. . . . .	117
	Exemple de résultat expérimental. . . . .	117
	Modélisation des expériences. . . . .	118
	Détermination des coefficients de transferts associés au lit fluidisé à immersion. . . . .	125
	Comparaison des résultats de simulation avec les résultats expérimentaux. . . . .	127
<b>5.2</b>	<b>Étude expérimentale du séchage du PVC en poudre. . . . .</b>	<b>131</b>
5.2.1	Reproductibilité des expériences. . . . .	132
5.2.2	Influence des paramètres opératoires. . . . .	132
	Étude de la dispersion de l'échantillon : mélange de cake et de billes de verre. . . . .	132
	Effet du débit d'air sec. . . . .	136
5.2.3	Influence des paramètres intrinsèques. . . . .	138
	Effet de la température du lit. . . . .	138
	Effet de l'humidité initiale de l'air. . . . .	139
	Effet de la morphologie des particules : comparaison des différents grades de PVC. . . . .	141
<b>5.3</b>	<b>Conclusion. . . . .</b>	<b>145</b>

---

Comme vu précédemment, le séchage des particules de PVC est influencé par de nombreux paramètres, qui peuvent agir sur les transferts externes ou internes à la particule. Les transferts externes, de types convectifs, sont principalement contrôlés par les paramètres opératoires (vitesse, température, et humidité de l'air de séchage), alors que les transferts internes sont influencés par la morphologie des particules et plus particulièrement par leur porosité et leur distribution de tailles des pores.

Ce chapitre est divisé en deux sections. Dans la première, nous présenterons une série d'expériences permettant d'optimiser le protocole expérimental retenu, d'une part, et d'évaluer les coefficients de transferts de matière et de chaleur propres à notre pilote expérimental, d'autre part.

Dans la deuxième section est regroupé l'influence, sur la cinétique de séchage de PVC, des différents paramètres opératoires tels que :

- le débit d'air,
- la température du lit,
- l'humidité initiale de l'air,
- et, la morphologie des grains, en utilisant les différents grades de PVC en poudre fournis par INEOS-ChlorVinyls.

### 5.1 Etude préliminaire.

Dans ce paragraphe, nous allons présenter un ensemble de résultats expérimentaux et théoriques permettant d'évaluer les coefficients de transfert de matière dans un lit fluidisé à immersion. Ces résultats seront confrontés avec les différentes corrélations bibliographiques.

L'étude expérimentale est effectuée en introduisant des masses bien connues de billes de verre, préalablement humidifiées, dans notre pilote. Notons que ces billes de verre ont les mêmes propriétés que celles retenues comme média fluidisé. Dans le but d'effectuer des essais dans les conditions isothermes, nous avons réalisé, au préalable, une série d'essais dont l'objectif est d'optimiser la masse de billes de verre humides.

#### 5.1.1 Influence de la masse de l'échantillon - isothermicité du lit.

L'humidification des billes de verre est réalisée en ajoutant une masse bien connue d'eau à une quantité donnée de billes de verre en mouvement (sous agitation). Après l'étape de mélange, l'humidité des billes de verre a été déterminée par l'étuvage à 100°C.

Les essais ont été réalisés dans les conditions opératoires suivantes :

- débit d'air de fluidisation : 10,8 kg/h,
- température du lit : 41,6°C,
- et humidité de l'air de fluidisation : 0,2 g d'eau / kg d'air sec.

Nous avons gardé l'humidité des billes de verre constante à 0,14 kg d'eau / kg de billes sèches, et avons fait varier la masse de l'échantillon (de 10 à 35 g). Une autre expérience a été réalisée pour une faible masse de billes humides (7,1 g) avec une humidité de 0,07 kg d'eau / kg de billes sèches. Dans le Tableau 5.1 sont regroupés :

- les conditions opératoires,
- l'écart relatif entre la masse d'eau introduite et celle mesurée par l'hygromètre ( $\Delta m$ ),
- la chute maximale de température du lit, observée suite à l'introduction de l'échantillon ( $\Delta T_{max}$ ),
- et, l'épaisseur initiale du film d'eau entourant les billes de verre ( $\delta_{eau}$ ).

Cette dernière grandeur est calculée en supposant que le liquide est uniformément réparti sur l'ensemble des billes :

$$\delta_{eau} = \frac{V_{eau}}{S_{BV}^T}, \quad (5.1)$$

$$\text{avec : } S_{BV}^T = \frac{m_{BV}}{\rho_{BV}} \cdot \frac{6}{d_{BV}}. \quad (5.2)$$

où,  $V_{eau}$  et  $S_{BV}^T$  représentent respectivement le volume de l'eau, et la surface externe de l'ensemble des billes de verre présentes dans l'échantillon.

Il faut préciser que l'injection d'une quantité d'humidité de plus de 5 grammes d'eau a conduit à une saturation temporaire de la sonde d'humidité. C'est pour cette raison que sa valeur maximale est fixée à 4,2 grammes.

Tableau 5.1 – Effet de la masse de l'échantillon humide : conditions opératoires et résultats expérimentaux.

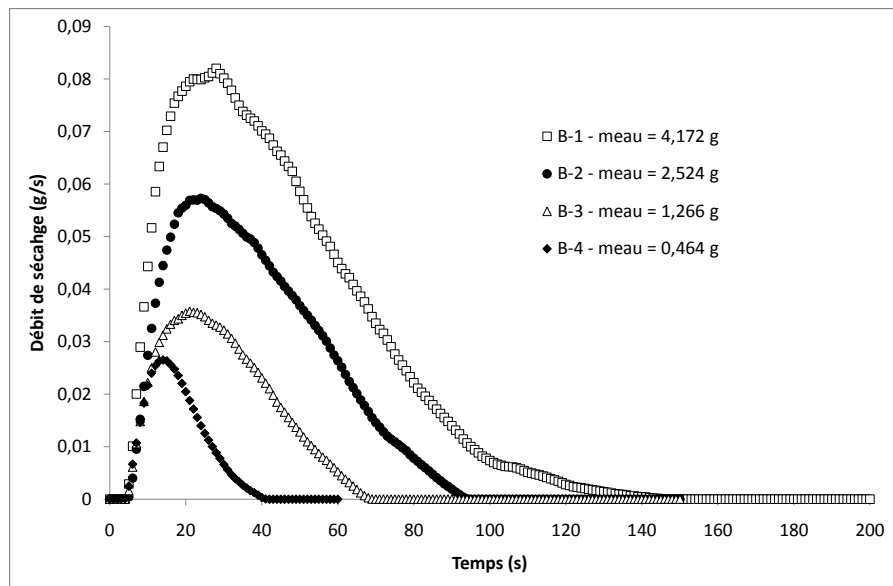
Exp.	m <sub>BV</sub> (g)	m <sub>eau</sub> <sup>introduite</sup> (g)	m <sub>totale</sub> (g)	X <sub>0</sub> (kg/kg)	m <sub>eau</sub> <sup>mesurée</sup> (g)	$\Delta m$ (%) (%)	$\Delta T_{max}$ (°C)	$\delta_{eau}$ ( $\mu m$ )
B-1	30,5	4,18	34,7	0,14	4,61	10,4	4,5	18,5
B-2	18,1	2,52	20,6	0,14	2,69	6,5	3	18,8
B-3	8,8	1,27	10,1	0,14	1,28	1,4	1,5	19,5
B-4	6,6	0,46	7,1	0,07	0,47	1	0,5	9,5

Débit d'air : 10,8 kg/h      Température du lit : 41,6°C.  
Humidité initiale de l'air : 0,2 g d'eau / kg d'air sec.

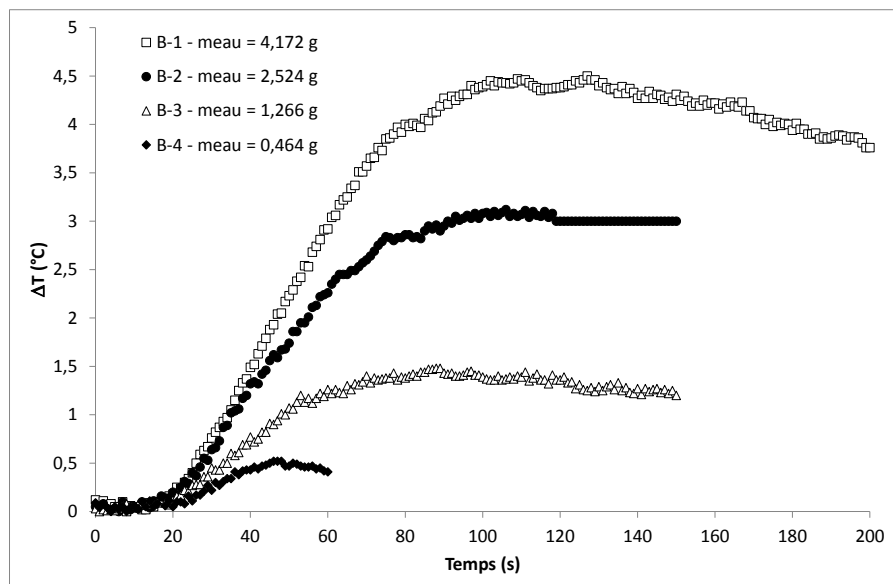
La Figure 5.1 représente les évolutions temporelles du débit de séchage et de la différence entre la température initiale du lit et celle du lit mesurée à l'instant  $t$  ( $\Delta T$ ) pour ces différentes expériences. L'observation du Tableau 5.1 et de la Figure 5.1 montre que :

- l'écart maximal de température augmente avec la masse de l'échantillon humide. Il devient inférieur à 1,5°C lorsque la quantité d'eau injectée est inférieure à 1,3 gramme.
- l'écart relatif entre la masse d'eau introduite et celle mesurée par l'hygromètre diminue de 10,4% à 1,4% lorsque la masse de l'échantillon humide passe de 35 à 10 grammes.

De plus, nous avons remarqué que les essais ne sont pas reproductibles lorsque la masse d'eau introduite dépasse 3 grammes (c'est à dire une masse d'échantillon totale supérieure à 20 g). Ce phénomène peut être expliqué par la présence de forces capillaires entre les particules mouillées, conduisant à leur agglomération. En effet, pour les conditions opératoires choisies, si les contraintes exercées par le milieu fluidisé sur ces agglomérats humides ne permettent pas leur dispersion, ils peuvent s'établir au fond du lit et perturber son fonctionnement habituel, en créant des chemins préférentiels, ou une mauvaise qualité de mélange.



(a) Évolution du débit de séchage



(b) Évolution de la température du lit

FIGURE 5.1 – Influence de la masse d'échantillon humide sur le comportement du séchoir à lit fluidisé en immersion.



Ainsi, pour assurer une isothermicité de l'opération et une grande précision sur les bilans de matière, nous avons retenu une quantité maximale d'eau introduite dans le système par le produit humide de 1,5 grammes.

Toutefois, réaliser des expériences avec des échantillons contenant de très faibles quantités d'eau peut engendrer des imprécisions dont l'origine est attribuée à :

- la précision des hygromètres,
- et, un temps expérimental trop court et donc très inférieur au temps de réponse des hygromètres.

### 5.1.2 Détermination des coefficients de transferts associés au lit fluidisé à immersion.

Les essais ont été réalisés avec 8,5 à 8,7 g de billes de verre humidifiées de 0,13 à 0,14 kg d'eau / kg de billes sèches. En ce qui concerne les paramètres opératoires, nous avons fait varier la température initiale du lit fluidisé entre 31,5 et 66°C, et la vitesse de l'air de fluidisation entre 24,7 et 40 cm/s (Tableau 5.2).

Les billes de verre utilisées étant non-poreuses, seuls les transferts convectifs externes interviennent lors de l'évaporation de l'eau. Ces expériences doivent nous permettre d'évaluer le coefficient de transfert de matière associé à notre pilote expérimental dans différentes conditions opératoires.

Tableau 5.2 – Détermination des coefficients de transfert : conditions opératoires.

Exp.	m <sub>billes</sub> (g)	m <sub>eau</sub> (g)	m <sub>totale</sub> (g)	X <sub>0</sub> (kg/kg)	T <sub>Lit</sub> (°C)	F <sub>g</sub> <sup>0</sup> (kg/h)	U <sub>g</sub> (cm/s)
B-5	7,6	1,05	8,7	0,14	32,5	11,0	33,7
B-6	7,6	1,02	8,6	0,13	44,0	11,0	34,9
B-7	7,6	1,03	8,6	0,14	55,5	11,0	36,2
B-8	7,7	1,01	8,7	0,13	66,0	11,0	37,4
B-9	7,6	1,05	8,7	0,14	31,5	8,4	25,7
B-10	7,5	1,02	8,5	0,14	31,5	11,0	33,6
B-11	7,5	1,05	8,6	0,14	31,5	13,6	41,6
Humidité initiale de l'air : 0,2 g d'eau / kg d'air sec.							

#### Exemple de résultat expérimental.

La Figure 5.2 représente un exemple de résultat obtenu correspondant à l'expérience B-5 du Tableau 5.2.

Cette Figure montre que l'évolution temporelle du débit de séchage présente une forme de cloche : après un retard le débit de séchage augmente très rapidement pour atteindre un maximum, puis diminue progressivement pour atteindre une valeur quasi-nulle après 100 secondes. L'absence de la période de séchage à vitesse constante peut être expliquée par l'effet du temps de réponse de la sonde sur le processus physique (évaporation).

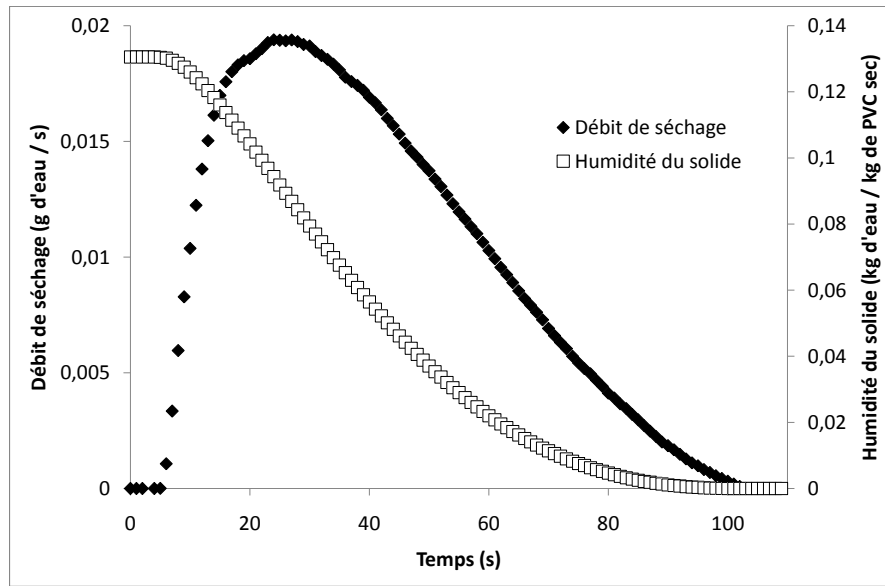


FIGURE 5.2 – Évolution temporelle du débit de séchage et de l'humidité du solide (Expérience B-5).

Afin de dissocier les phénomènes physiques du retard induit par la sonde, un modèle de simulation a été développé en tenant compte des phénomènes d'évaporation à l'échelle d'une bille et de la fonction de transfert de la sonde.

### Modélisation des expériences.

Ce modèle dérive de celui décrit dans le Chapitre 6 page 147, à la différence que seule l'évaporation de l'eau surfacique est prise en compte. Ce modèle repose sur les hypothèses suivantes :

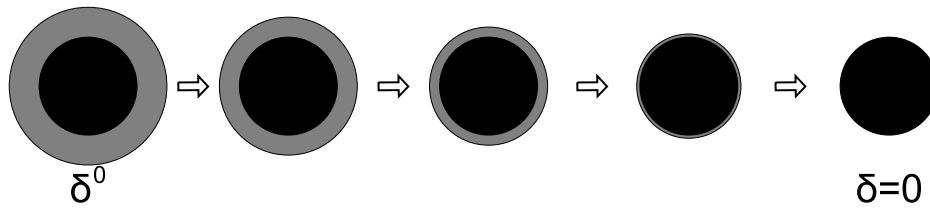
- les billes de verre sont parfaitement sphériques et homogènes,
- l'évaporation a lieu à la surface du film d'eau entourant les billes,
- le lit fluidisé est considéré comme un réacteur parfaitement agité,
- la température moyenne du séchoir reste constante au cours de l'opération,
- et, la température des billes de verre humides est considérée comme uniforme. Cependant, elle varie dans le temps.

En ce qui concerne la cinétique d'évaporation, deux processus d'évaporation sont considérés (Figure 5.3) :

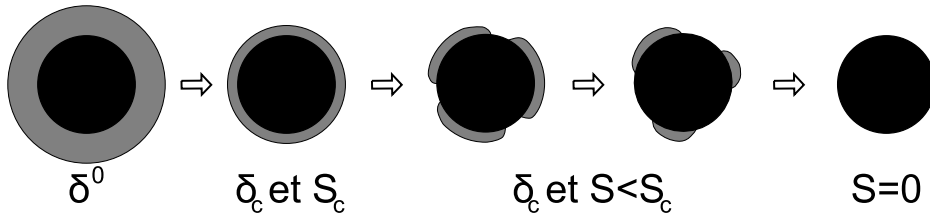
- Le séchage conduit à une réduction de l'épaisseur de film de sa valeur initiale à une valeur nulle : il n'y a pas de phénomène de démouillage. Dans ce cas, on considère que l'évaporation s'effectue sur toute la surface des billes et le phénomène d'évaporation en réduisant l'épaisseur du film conduit à une diminution de la surface d'échange (Figure 5.3(a)). Ainsi, le séchage des billes de verre humides est réalisé en deux phases principales : la phase d'initiation et la phase de séchage à vitesse constante.

- L'évaporation conduit à une réduction de l'épaisseur de film jusqu'à une valeur limite ( $\delta_c$ ), à partir de laquelle le phénomène de démouillage va conduire à une réduction de la surface séchante (Figure 5.3(b)). Dans cette phase, la surface d'évaporation est estimée en considérant que l'épaisseur du film de liquide reste constante ( $\delta_{eau} = \delta_c$ ). Ainsi la courbe de séchage doit présenter trois phases : une phase d'initiation, une phase de séchage à vitesse constante, et une phase de séchage à vitesse décroissante. La réduction de la vitesse d'évaporation dans cette dernière phase est attribuée à la réduction de la surface séchante.

Il faut préciser que la réalité est un cas intermédiaire. En effet, au début du séchage, l'évaporation conduit à une réduction de l'épaisseur du film, et à la fin de l'opération, on peut rencontrer les phénomènes simultanés de démouillage et de réduction de l'épaisseur du film.



(a) Réduction de l'épaisseur du film sans démouillage.



(b) Réduction de la surface du film avec démouillage à partir de  $\delta_{eau} = \delta_c$ .

FIGURE 5.3 – Modélisation du séchage des billes de verre suivant deux processus.

Ce modèle consiste en la résolution des bilans massique et enthalpique sur les billes et du bilan massique sur l'ensemble du séchoir. Les résultats de simulation sont couplés à la fonction de transfert de la sonde présentée dans le Chapitre 4 Section 4.2.6 page 106.

◇ Bilan massique sur une bille de verre humide :

Le bilan de matière sur une bille humide est donnée par l'équation suivante :

$$\frac{dm_{eau,BV}}{dt} = S_{BV,h} \cdot \dot{N}_w = -k_y \cdot S_{BV,h} \cdot (Y^* - Y_s), \quad (5.3)$$

où,

- $S_{BV,h}$  représente la surface externe de la bille de verre humide,
- $\dot{N}_w$ , la densité de flux d'évaporation. Elle s'exprime comme le produit du coefficient de transfert de matière convectif,  $k_y$  et du potentiel d'échange,  $(Y^* - Y_s)$ . Le potentiel d'échange est la différence entre l'humidité à saturation de l'air à la température de la bille (voir Annexe A page 250),  $Y^*$ , et l'humidité absolue moyenne de l'air dans le séchoir,  $Y_s$ .

### 5.1. ETUDE PRÉLIMINAIRE.

---

–  $m_{eau,BV}$  la masse d'eau entourant une bille. Elle s'exprime par :

$$m_{eau,BV} = \frac{\pi}{6} \cdot \rho_{BV} \cdot d_{BV}^3 \cdot X, \quad (5.4)$$

Dans le cas où la surface de bille est entièrement mouillée ( $\delta_{eau} > \delta_c$ ) :

$$m_{eau,BV} = \frac{\pi}{6} \cdot \rho_{eau} \cdot [(d_{BV} + 2 \cdot \delta_{eau})^3 - d_{BV}^3], \quad (5.5)$$

En combinant les équations (5.3), (5.4), et (5.5), on obtient l'expression suivante, caractérisant la cinétique de séchage lors de la réduction de l'épaisseur du film d'eau :

$$\begin{aligned} \frac{dX}{dt} &= \frac{\rho_{eau}}{\rho_{BV}} \cdot \frac{6}{d_{BV}^3} \cdot (d_{BV} + 2 \cdot \delta_{eau})^2 \cdot \frac{d\delta_{eau}}{dt}. \\ &= -k_y \cdot \frac{6}{\rho_{BV} \cdot d_{BV}^3} \cdot (d_{BV} + 2 \cdot \delta_{eau})^2 \cdot (Y^* - Y_s). \end{aligned} \quad (5.6)$$

Dans ces équations,  $X$  représente l'humidité de la bille de verre, et  $\delta_{eau}$ , l'épaisseur du film liquide autour de la bille de verre.

Dans le cas de démouillage ( $\delta_{eau} = \delta_c$  et  $S < S_c$ ) :

$$m_{eau} = \rho_{eau} \cdot \frac{V_c}{S_c} \cdot S_{BV,h}. \quad (5.7)$$

où,  $S_{BV,h}$  représente la surface du film d'eau mouillant la bille, et  $V_c$  et  $S_c$ , le volume et la surface du film d'eau à l'épaisseur critique  $\delta_c$  définis par :

$$V_c = \frac{\pi}{6} \cdot ((d_{BV} + 2 \cdot \delta_c)^3 - d_{BV}^3), \quad (5.8)$$

et

$$S_c = \pi \cdot (d_{BV} + 2 \cdot \delta_c)^2. \quad (5.9)$$

La cinétique de séchage, lors du démouillage de la bille de verre est obtenue en combinant les équations 5.3, 5.4 et 5.7 :

$$\begin{aligned} \frac{dX}{dt} &= \frac{\rho_{eau}}{\rho_{BV}} \cdot \left( d_{BV} + 2 \cdot \delta_c - \frac{d_{BV}^3}{(d_{BV} + 2 \cdot \delta_c)^2} \right) \cdot \frac{1}{\pi \cdot d_{BV}^3} \cdot \frac{dS_{BV,h}}{dt}. \\ &= -k_y \cdot \frac{6 \cdot S_{BV,h}}{\rho_{BV} \cdot \pi \cdot d_{BV}^3} \cdot (Y^* - Y_s). \end{aligned} \quad (5.10)$$

◇ Bilan massique sur le séchoir (phase gazeuse) :

En considérant le séchoir comme un milieu parfaitement agité, le bilan massique s'exprime de la façon suivante :

$$(Entrée) + (Production) = (Sortie) + (Accumulation). \quad (5.11)$$

On obtient alors :

$$F_g^0 \cdot Y_e - m_{BV}^T \cdot \frac{dX}{dt} = F_g^0 \cdot Y_s + V_{Lit} \cdot \alpha_g \cdot \rho_g \frac{dY_s}{dt}, \quad (5.12)$$

avec,  $F_g^0$ , le débit massique d'air sec,  $m_{BV}^T$ , la masse totale de billes de verre anhydres,  $V_{Lit}$  le volume effectif du lit de particules, et  $\alpha_g$ , le taux de présence de gaz dans le lit.

◇ Bilan enthalpique sur une bille de verre humide :

En supposant, qu'à chaque instant, la température dans les billes de verre humides est uniforme, le bilan enthalpique sur une particule humide s'exprime par

$$V_{BV} \cdot \rho_{BV} \cdot \frac{dH_{BV}}{dt} = V_{BV} \cdot \rho_{BV} \cdot \Delta H_V(T_{BV}) \cdot \frac{dX}{dt} + h \cdot S_{th} \cdot (T_g - T_{BV}), \quad (5.13)$$

avec,  $V_{BV}$ , le volume d'une bille de verre,  $H_{BV}$ , l'enthalpie de la bille de verre humide, et  $\Delta H_V$ , l'enthalpie d'évaporation de l'eau (toutes deux définies dans l'Annexe A page 250),  $h$  le coefficient de transfert convectif de chaleur,  $T_g$  et  $T_{BV}$ , les températures respectives de l'air et des billes de verre, et  $S_{th}$  la surface d'évaporation.

Dans le premier cas, la surface d'évaporation s'exprime comme :

$$S_{th} = \pi \cdot (d_{BV} + 2 \cdot \delta_{eau})^2, \quad (5.14)$$

alors que dans le second, afin de prendre en compte le transfert de chaleur, à la fois, à travers la surface mouillée de la bille, et à travers sa surface sèche, elle s'exprime comme :

$$S_{th} = \frac{(S_0 - S) \cdot d_{BV}^2}{(d_{BV} + 2 \cdot \delta_{eau})^2} + S. \quad (5.15)$$

Après développement, l'équation (5.13) se simplifie sous la forme :

$$\begin{aligned} (Cp_{BV} + X \cdot Cp_{eau}^L) \cdot \frac{dT_{BV}}{dt} = \frac{dX}{dt} \cdot [\Delta H_V(T_{BV}) - Cp_{eau}^L \cdot (T_{BV} - T_{ref})] \\ + \frac{6 \cdot h}{\rho_{BV} \cdot \pi \cdot d_{BV}^3} \cdot S_{th} \cdot (T_{lit} - T_{BV}), \end{aligned} \quad (5.16)$$

avec,  $Cp_{BV}$  la chaleur massique des billes de verre sèches,  $Cp_{eau}^L$ , la chaleur massique de l'eau liquide,  $h$ , le coefficient de transfert convectif de chaleur, et  $\Delta H_V(T_{lit})$ , l'enthalpie de vaporisation de l'eau à la température de la bille humide ( $T_{BV}$ ).

◇ Paramètres du modèle :

Le coefficient de transfert convectif de matière,  $k_y$ , est un paramètre ajustable du modèle. Dans le cas de milieu fortement agité (comme le lit fluidisé), le coefficient de transfert convectif de chaleur peut être lié au coefficient de transfert de matière par l'analogie de Chilton and Colburn (1934) :

$$\frac{h}{k_y} = Cp_{h,g} \cdot Le^{2/3}, \quad (5.17)$$

avec  $Le$ , le nombre de Lewis, qui, dans le cas d'un mélange air - vapeur d'eau, est environ égal à 1.

La résolution des équations présentées ci dessus, associées aux équations régissant la fonction de transfert de la sonde (présentées dans le Chapitre 4 Section 4.2.6 page 106), est effectuée par la méthode Runge-Kutta à pas variable.

### ◊ *Résultats du modèle :*

La Figure 5.4 représente un exemple type de résultats de simulation obtenus dans le cas de la réduction d'épaisseur du film d'eau sans démoillage ( $\delta_c = 0$ ). Les conditions de simulation correspondent à celles de l'expérience B-5. La valeur du coefficient de transfert est fixée à  $0,053 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ .

La Figure 5.4(a) représente l'évolution en fonction du temps :

- du débit de séchage pour un temps de retard nul (cinétique intrinsèque,  $W_i$ ),
- du débit de séchage en intégrant la fonction de transfert de la sonde (cinétique corrigée,  $W_c$ ),
- et, de l'évolution de la température des billes humides.

Sur la même Figure est aussi représentée la valeur de la température de bulbe humide ou température à saturation adiabatique  $T^*$  (voir Annexe A page 250).

Sur cette Figure on distingue nettement les deux première périodes de séchage :

- de 0 à 9 secondes, la période de mise en température du produit, caractérisée par une montée rapide du débit de séchage intrinsèque et de la températures des billes de verre humides,
- et de 13 à 50 secondes, la période de séchage à vitesse constante, caractérisée par une température du produit humide et une vitesse d'évaporation ( $\dot{N}_w$ ) quasi indépendantes du temps (Figure 5.4(b)). La légère diminution observée sur la courbe de l'évolution du débit de séchage (Figure 5.4(a)) est due à la réduction de l'épaisseur du film d'eau, ce qui engendre une réduction de la surface d'évaporation, et donc une diminution du débit de séchage. On note aussi que la température des billes de verre est très proche de celle de bulbe humide.

Après l'élimination totale du film d'eau ( $\delta = 0$ ), l'apport d'énergie thermique aux particules conduit à une élévation rapide de leur température jusqu'à atteindre l'équilibre thermique avec le milieu fluidisé.

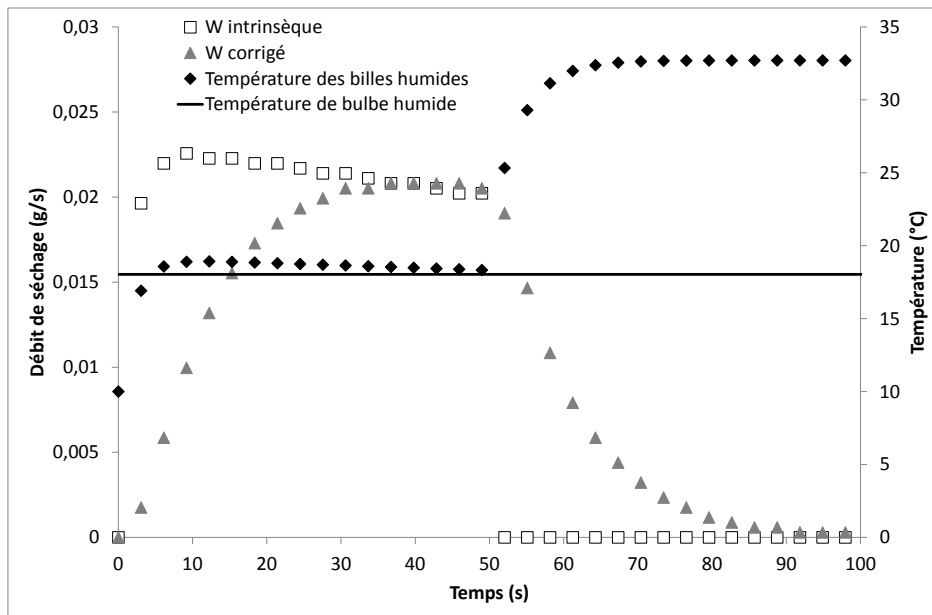
L'évolution du débit de séchage corrigé par la fonction de transfert de la sonde montre une modification de l'allure de la courbe de séchage vers une forme de cloche dont le maximum correspond au palier du débit de séchage intrinsèque (vitesse d'évaporation pendant la période de séchage à vitesse constante).

La Figure 5.4(b) présente les mêmes résultats mais sous la forme de la densité de flux d'évaporation, c'est à dire le débit de séchage corrigé par la surface d'échange. A nouveau, cette Figure confirme l'effet des retards induits par la sonde hygrométrique sur l'allure de la courbe de la vitesse de séchage et montre une valeur maximale identique à celle de la vitesse de séchage pendant la période de séchage à vitesse constante. On rappelle que pendant cette période :

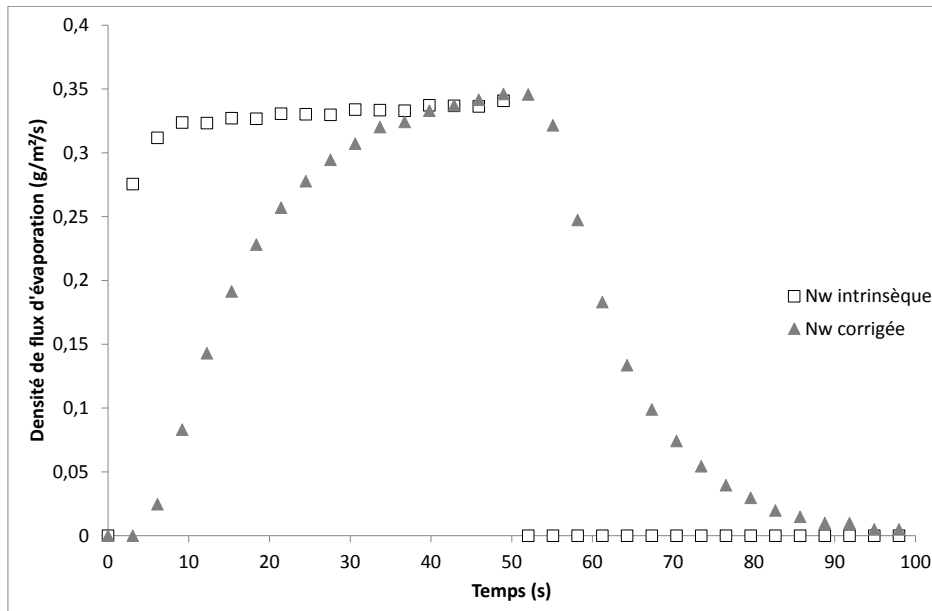
$$\dot{N}_w = -k_y \cdot (Y^* - Y_s) . \quad (5.18)$$

avec  $Y^*$  l'humidité à saturation adiabatique.

Différentes simulations (Figures 5.5, 5.6, et 5.7) ont été effectuées en faisant varier l'épaisseur critique du film,  $\delta_c$ . Ces Figures montrent que plus l'épaisseur critique est grande, plus le pic de la densité de flux d'évaporation corrigée par la fonction de transfert de la sonde apparaît tôt. On remarque aussi, que malgré un léger décalage, la valeur de ce pic



(a) Evolution du débit de séchage intrinsèque et corrigé, et de la température des billes humides.



(b) Evolution de la densité de flux d'évaporation intrinsèque et corrigée.

FIGURE 5.4 – Modélisation du séchage de billes de verre humides (Expérience B-5). Réduction de l'épaisseur sans démouillage.

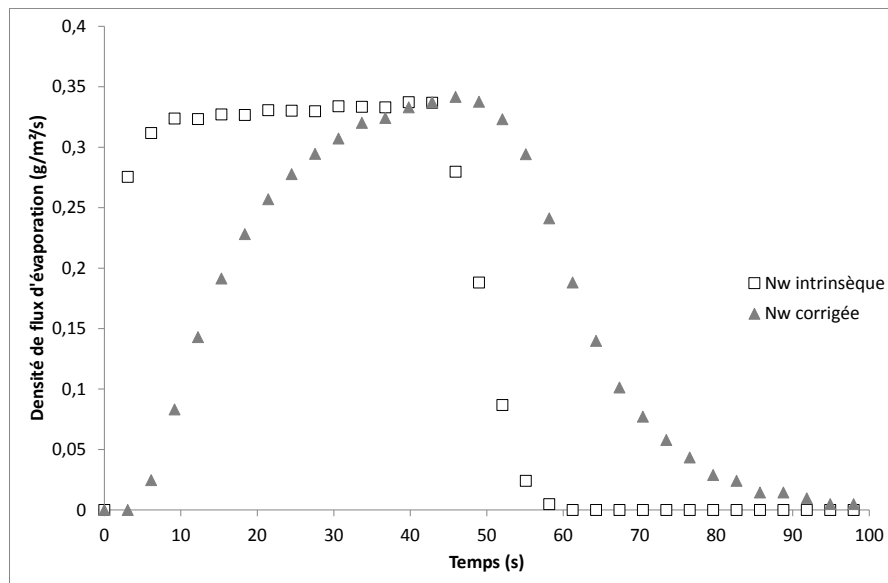


FIGURE 5.5 – Évolution de la densité de flux d'évaporation en fonction du temps. Comparaison entre la cinétique intrinsèque et la cinétique corrigée (épaisseur critique :  $\delta_c = 2 \mu\text{m}$ ).

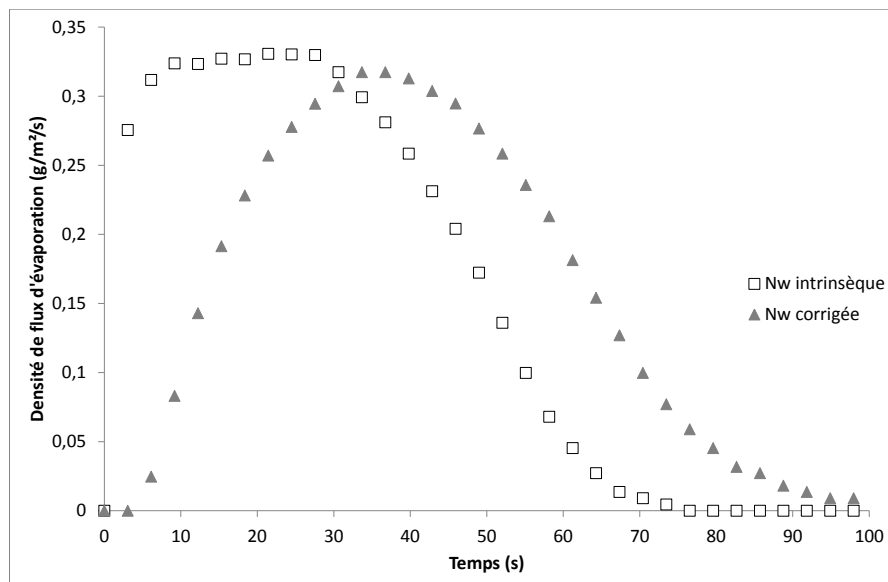


FIGURE 5.6 – Évolution de la densité de flux d'évaporation en fonction du temps. Comparaison entre la cinétique intrinsèque et la cinétique corrigée (épaisseur critique :  $\delta_c = 7 \mu\text{m}$ ).



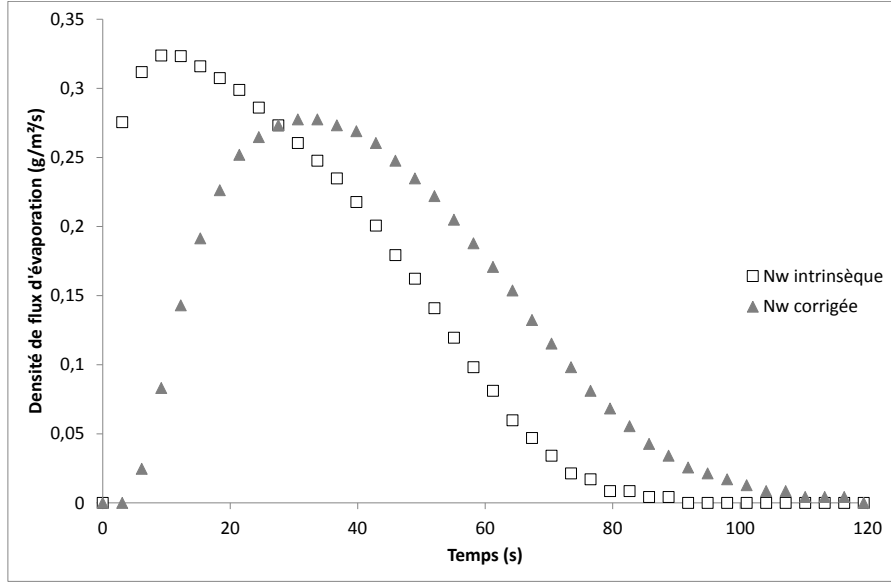


FIGURE 5.7 – Évolution de la densité de flux d'évaporation en fonction du temps. Comparaison entre la cinétique intrinsèque et la cinétique corrigée (épaisseur critique :  $\delta_c = 12 \mu\text{m}$ ).

correspond bien à la valeur de la densité de flux intrinsèque pendant la période de séchage à vitesse constante (l'erreur reste inférieure à 10%).

A partir de l'ensemble de ces résultats, on peut conclure que les valeurs maximales du débit de séchage ou de la densité de flux d'évaporation mesurés expérimentalement sont de bonnes indications de la vitesse d'évaporation pendant la période de séchage à vitesse constante. De plus, pendant cette période, la température du produit humide est proche de la température de bulbe humide ou température de saturation adiabatique.

#### Détermination des coefficients de transferts associés au lit fluidisé à immersion.

Comme indiqué par l'équation (5.18), pendant la période de séchage à vitesse constante, le coefficient de transfert de matière est le rapport entre la densité de flux d'évaporation et le potentiel d'échange. Forts de nos résultats de simulation, nous évaluons le coefficient de transfert de matière à partir de la densité de flux d'évaporation maximale mesurée expérimentalement,  $\dot{N}_W^{max}$ , et de la différence de potentiel d'échange de matière correspondante,  $Y^* - Y^{max}$  :

$$\dot{N}_W^{max} = k_y \cdot (Y^* - Y^{max}). \quad (5.19)$$

La densité de flux d'évaporation est le rapport du débit maximal de séchage,  $W_{drying}^{max}$  et de la surface externe de billes de verre humides,  $S_{BV}^T$  :

$$\dot{N}_W^{max} = \frac{W_{drying}^{max}}{S_{BV}^T}. \quad (5.20)$$

### 5.1. ETUDE PRÉLIMINAIRE.

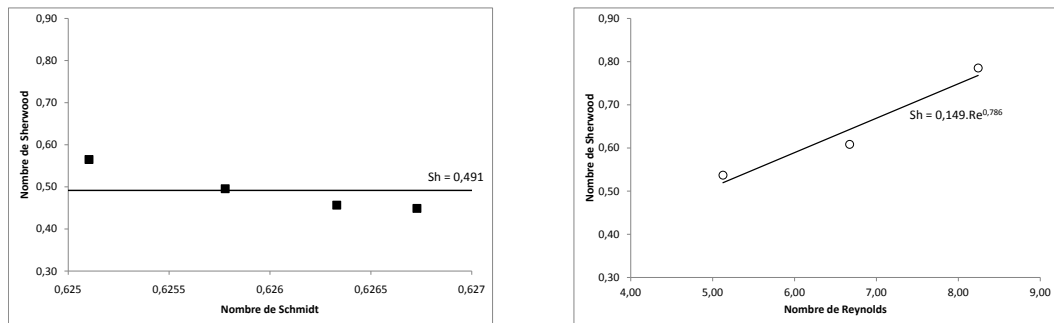
Tableau 5.3 – Détermination des coefficients de transfert : conditions opératoires et résultats obtenus.

Exp.	m <sub>billes</sub> (g)	X <sub>0</sub> (g/g)	T <sub>Lit</sub> (°C)	F <sub>g</sub> <sup>0</sup> (kg/h)	U <sub>g</sub> (cm/s)	k <sub>y</sub> (kg/m <sup>2</sup> /s)	Sc (-)	Re (-)	Sh (-)
B-5	7,6	0,14	32,5	11,0	33,7	0,053	0,625	6,37	0,57
B-6	7,6	0,13	44,0	11,0	34,9	0,048	0,626	5,97	0,50
B-7	7,6	0,14	55,5	11,0	36,2	0,045	0,626	5,60	0,46
B-8	7,7	0,13	66,0	11,0	37,4	0,046	0,627	5,30	0,45
B-9	7,6	0,14	31,5	8,4	25,7	0,050	0,625	5,13	0,54
B-10	7,5	0,14	31,5	11,0	33,6	0,057	0,625	6,67	0,61
B-11	7,5	0,14	31,5	13,6	41,6	0,073	0,625	8,24	0,79

Humidité initiale de l'air : 0,2 g d'eau / kg d'air sec.

La différence de potentiel d'échange de matière est la différence entre l'humidité à saturation adiabatique de l'air  $Y^*$  (voir expression dans l'Annexe A) et l'humidité maximale de l'air durant l'expérience  $Y^{max}$ .

Le Tableau 5.3 résume les coefficients de transfert de matière déterminés pour les expériences B-5 à B-11. Dans ce Tableau, on trouve aussi les conditions opératoires ainsi que les nombres adimensionnels de Sherwood (Sh), Schmidt (Sc), et Reynolds (Re) correspondants. Les Figures 5.8(a) et 5.8(b) représentent l'effet des nombres de Schmidt (Sc) et de Reynolds (Re) sur le nombre de Sherwood (Sh).



(a)  $Sh = f(Sc)$  (Expériences B-5 à B-8).

(b)  $Sh = f(Re)$  (Expériences B-9 à B-11).

FIGURE 5.8 – Influence des conditions opératoires (température du lit et vitesse de l'air) sur le coefficient de transfert de matière. Évolution du nombre de Sherwood en fonction des nombres de Schmidt et Reynolds.

Ces Figures montrent que malgré une augmentation conséquente de la température (de 32,5 à 66°C) le coefficient de transfert de matière reste constant, alors qu'il augmente avec la vitesse de l'air. En effet, comme vu dans le Chapitre 3, les transferts externes convectifs sont dirigés par la vitesse de glissement entre l'air et les particules, et donc par la vitesse du gaz.

Cette étude montre que dans les conditions opératoires utilisées, le coefficient de transfert de matière associé à notre pilote expérimental est compris entre 0,045 et 0,073 kg · m<sup>-2</sup> · s<sup>-1</sup>,

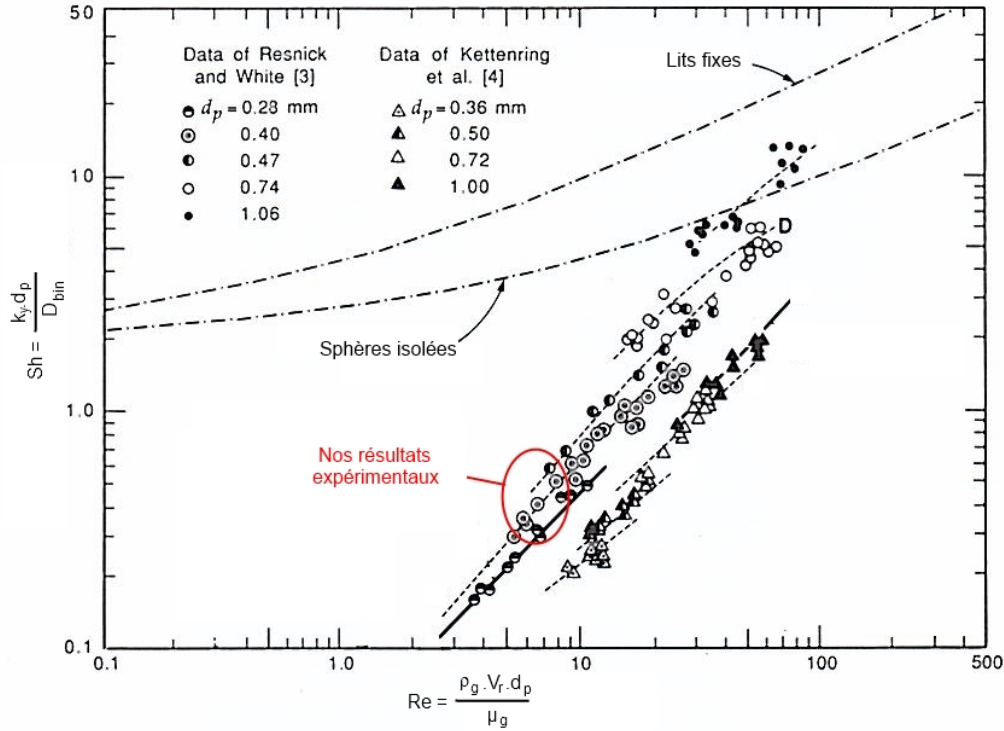


FIGURE 5.9 – Comparaison des coefficients de transfert de matière obtenus expérimentalement avec les résultats de littérature (Kunii and Levenspiel, 1991).

et qu'il peut être modélisé par la relation suivante :

$$Sh = 0,149 \cdot Re^{0,786}. \quad (5.21)$$

La Figure 5.9, représente le nombre de Sherwood en fonction du nombre de Reynolds pour différents résultats de la littérature obtenus en lit fluidisé (Kunii and Levenspiel, 1991). Les résultats obtenus lors de cette étude sont indiqués par un cercle rouge sur ce diagramme. Cette Figure montre que l'ordre de grandeur du nombre de Sherwood obtenu à partir des résultats expérimentaux est cohérent avec ceux de la littérature.

De la même manière le coefficient de transfert de chaleur pourrait être calculé à partir de la densité de flux de chaleur  $\dot{q}$  et de la différence de potentiel d'échange de chaleur,  $T_{Lit} - T_p$  :

$$\dot{q} = h \cdot (T_{Lit} - T_p). \quad (5.22)$$

Cependant, notre dispositif expérimental ne nous permet pas d'accéder à la température des particules. La détermination expérimentale du coefficient de transfert de chaleur n'est donc pas possible dans notre cas. On évalue donc ce coefficient grâce à l'analogie de Chilton and Colburn (1934).

### Comparaison des résultats de simulation avec les résultats expérimentaux.

La Figure 5.10 représente les courbes de séchage corrigées par la fonction de transfert de la sonde pour différentes valeurs de  $\delta_c = 0, 2, 7$ , ou  $12 \mu\text{m}$ . Les simulations ont été effectuées avec la valeur de  $k_y$  déterminée expérimentalement (Expérience B-5). Cette

Figure montre que les résultats de simulation les plus proches des résultats expérimentaux sont ceux obtenus avec un diamètre critique de  $12\ \mu\text{m}$ .

Afin d'évaluer l'effet de l'erreur de mesure lors de la détermination du coefficient de transfert, différentes simulations ont été réalisées en faisant varier le coefficient de transfert de matière de plus ou moins 10%. La Figure 5.11 compare l'évolution du débit de séchage expérimental avec les évolutions du débit de séchage obtenues par des simulations effectuées avec différents coefficients de transfert de matière :

- $k_y = k_{y_{\text{expé}}}$
- $k_y = 0,9 \cdot k_{y_{\text{expé}}}$
- $k_y = 1,1 \cdot k_{y_{\text{expé}}}$

Elle montre qu'une erreur de  $\pm 10\%$  lors de la détermination expérimentale n'affecte pas significativement les résultats de modélisation.

Afin de confirmer la validité de la méthode de détermination des coefficients de transfert de matière, on compare les résultats de modélisation à des résultats expérimentaux obtenus dans d'autres conditions. La Figure 5.12 présente l'évolution de l'humidité du solide normée pour deux autres expériences (B-6 et B-11), dont les conditions opératoires sont résumées dans le Tableau 5.3. Ces résultats sont comparés aux résultats de simulation correspondant, en prenant une épaisseur critique du film d'eau de  $12\ \mu\text{m}$ .

Cette Figure montre, que même dans des conditions opératoires différentes, les résultats expérimentaux sont proches des résultats de modélisation. La méthode expérimentale de détermination des coefficients de transfert de matière permet donc d'obtenir des résultats cohérents avec les expériences.

En conclusion, malgré la modification des résultats expérimentaux par le temps de réponse de la sonde, ces derniers permettent d'évaluer le coefficient de transfert de matière avec une bonne précision.

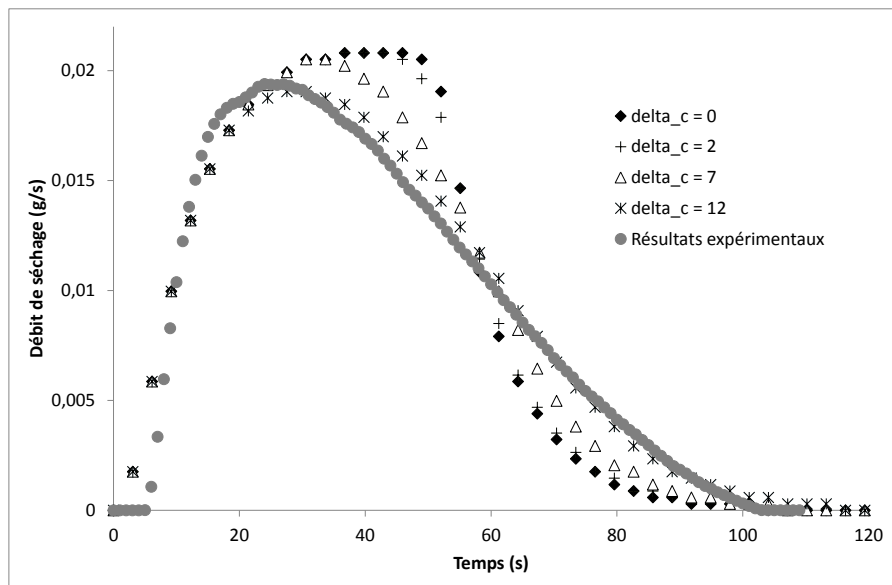


FIGURE 5.10 – Comparaison du débit de séchage obtenu expérimentalement et des débits de séchage corrigés obtenus par simulation ( $\delta_c = 0, 2, 7$ , ou  $12 \mu\text{m}$ ).

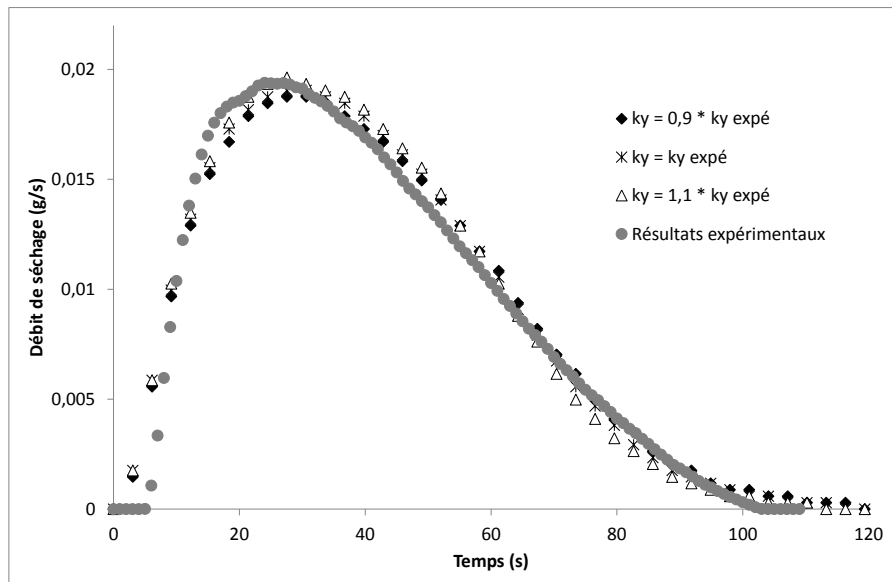
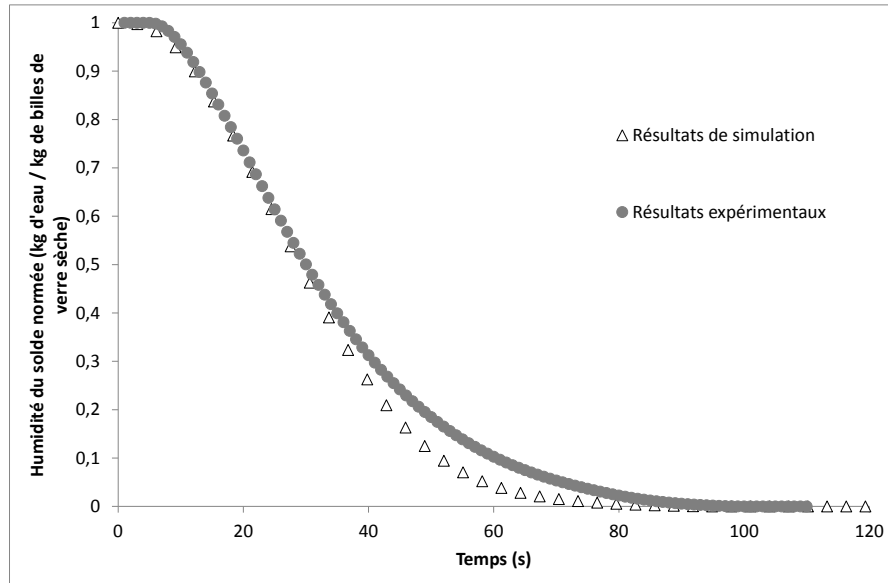
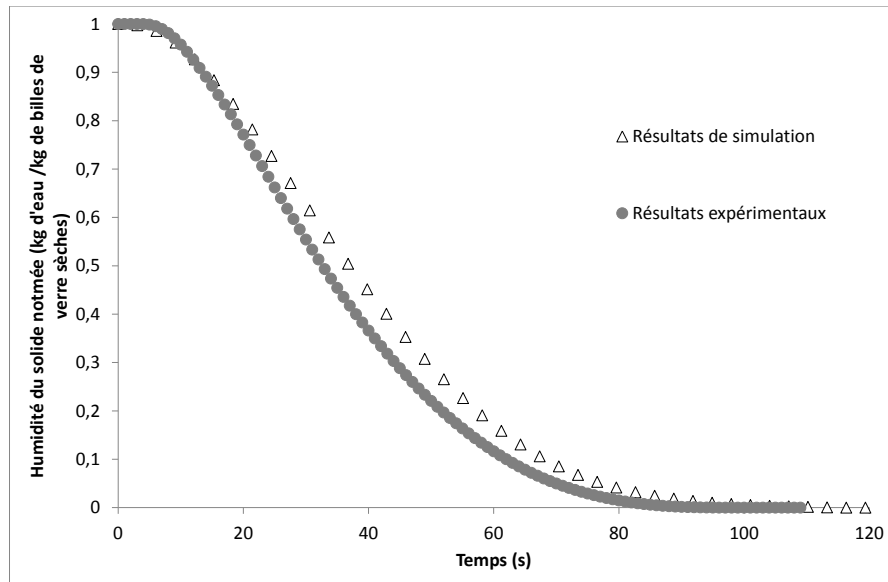


FIGURE 5.11 – Comparaison des résultats expérimentaux et des résultats de modélisation pour différents coefficients de transfert de matière (Expérience B-5).



(a) Expérience B-6 ( $T_{Lit} = 44^{\circ}\text{C}$ ).



(b) Expérience B-11 ( $U_g = 41,6 \text{ cm/s}$ ).

FIGURE 5.12 – Comparaison des résultats expérimentaux et des résultats de modélisation ( $\delta_c = 12 \mu\text{m}$ ) pour les expériences B-6 et B-11. Evolution de l'humidité du solide.

## 5.2 Étude expérimentale du séchage du PVC en poudre.

Dans cette section l'influence des différents paramètres sur la cinétique de séchage du PVC en poudre est étudiée. On distinguera les paramètres intrinsèques des paramètres opératoires. Les paramètres intrinsèques sont de deux types : les grandeurs d'état, telles que la température et la concentration de la vapeur d'eau en phase gazeuse (l'humidité de l'air), et les paramètres morphologiques des particules (taille, porosité, hygroscopicité, ...). Les paramètres intrinsèques, en modifiant les grandeurs thermodynamiques (tension de vapeur, équilibre gaz-solide) et les potentiels d'échanges thermique et matière, affectent directement la cinétique d'évaporation. Les paramètres opératoires dépendent fortement du procédé employé et de ses conditions opératoires (dispersion de l'échantillon, débit d'air de séchage,...).

Tableau 5.4 – Liste des expériences réalisées avec le cake.

Exp.	Cake	$X_0^{calc}$ (kg/kg)	$T_{Lit}$ (°C)	$F_g^0$ (kg/h)	$Y_0$ (g/kg)	$Y^{sat}$ (g/kg)	$t_{sec}$ (s)	$t_{25}$ (s)	$t_{50}$ (s)	$t_{75}$ (s)
C-1	PVC A	0,17	41,6	10,8	0,2	53,9	30,0	21,0	15,2	10,7
C-2	PVC A	0,16	41,2	10,8	0,2	52,7	31,1	22,0	16,3	11,8
C-3	PVC A	0,16	41,9	10,8	0,2	54,9	30,1	20,4	14,3	9,9
C-4	PVC A	0,18	42,5	7,5	0,1	56,8	56,3	32,5	19,2	12,2
C-5	PVC A	0,19	42,6	9,2	0,1	57,1	48,6	27,9	17,5	11,4
C-6	PVC A	0,21	42,5	10,8	0,1	56,8	42,4	23,8	15,8	10,6
C-7	PVC A	0,19	42,5	12,4	0,1	56,8	34,7	18,2	12,0	7,8
C-8	PVC A	0,19	34,2	10,8	0,2	35,1	41,8	28,3	20,0	13,6
C-9	PVC A	0,17	41,6	10,8	0,2	53,9	29,0	18,5	14,2	10,0
C-10	PVC A	0,21	54,9	10,8	0,2	114,6	23,8	15,9	10,9	7,4
C-11	PVC A	0,14	36,6	9,8	0,2	40,4	36,5	23,9	17,0	11,6
C-12	PVC A	0,16	36,5	9,8	5,8	40,2	43,8	21,9	15,7	11,4
C-13	PVC A	0,13	36,5	9,8	9,3	40,2	41,2	25,6	19,1	14,1
C-14	PVC A	0,14	36,7	9,8	16,2	40,6	54,7	32,5	23,4	16,8
C-15	PVC A	0,14	36,6	9,8	19,7	40,4	72,4	45,3	28,5	18,7
C-16	PVC A	0,25	42,0	10,8	0,2	55,2	32,9	22,7	15,9	10,9
C-17	PVC B	0,34	42,3	10,8	0,2	56,1	40,4	27,1	19,0	12,9
C-18	PVC C	0,37	41,9	10,8	0,2	54,9	37,8	25,1	16,7	10,8
C-19	PVC D	0,47	41,9	10,8	0,2	54,9	36,8	24,0	16,8	11,8

Le Tableau 5.4 résume les conditions opératoires et la valeur des temps caractéristiques de séchage des expériences réalisées, ainsi que, à titre indicatif, l'humidité à saturation de l'air à la température du lit. Les essais ont été réalisés avec des échantillons constitués de 2,9 g de cake et de 2,9 g de billes de verre. Ce choix est justifié par une étude présentée dans la section 5.2.2.

## 5.2. ÉTUDE EXPÉRIMENTALE DU SÉCHAGE DU PVC EN POUDRE.

L'étude de reproductibilité de notre pilote expérimental est effectuée à travers les expériences C-1 à C-3.

L'étude paramétrique de la cinétique de séchage à l'échelle d'un grain de PVC a été réalisée avec le PVC A, en faisant varier les paramètres suivants :

- le débit massique d'air sec,  $F_g^0$ , de 7,5 à 12,4 kg/h (expériences C-4 à C-7),
- la température du lit,  $T_{Lit}$ , de 34 à 55°C (expériences C-8 à C-10),
- l'humidité de l'air en entrée du séchoir,  $Y_0$ , de 0,2 à 25 g d'eau / kg d'air sec (expériences C-11 à C-15),
- et l'influence de la morphologie des grains de PVC grâce aux différents grades de PVC (expériences C-16 à C-19).

### 5.2.1 Reproductibilité des expériences.

Afin de montrer la reproductibilité de notre système expérimental, les expériences C-1, C-2, et C-3, sont réalisées dans les mêmes conditions opératoires (Tableau 5.5). L'observation de la Figure 5.13 montre que notre système expérimental est reproductible et que la variance des temps caractéristiques de séchage,  $Var$ , calculée par l'équation suivante, est inférieure à l'unité (voir Tableau 5.6).

$$Var = \frac{\sum_{i=1}^n (t_i - \bar{t})^2}{n - 1}, \quad (5.23)$$

avec  $\bar{t}$  la valeur moyenne de la série de données.

Tableau 5.5 – Liste des essais de reproductibilité.

Exp.	Cake	$X_0$ (kg/kg)	$T_{Lit}$ (°C)	$F_g^0$ (kg/h)	$Y_0$ (g/kg)	$Y^*$ (g/kg)	$t_{sec}$ (s)	$t_{25}$ (s)	$t_{50}$ (s)	$t_{75}$ (s)
C-1	PVC A	0,17	41,6	10,8	0,2	53,9	30,0	21,0	15,2	10,7
C-2	PVC A	0,16	41,2	10,8	0,2	52,7	31,1	22,0	16,3	11,8
C-3	PVC A	0,16	41,9	10,8	0,2	54,9	30,1	20,4	14,3	9,9

Tableau 5.6 – Variances des temps caractéristiques de séchage obtenus lors des essais de reproductibilité.

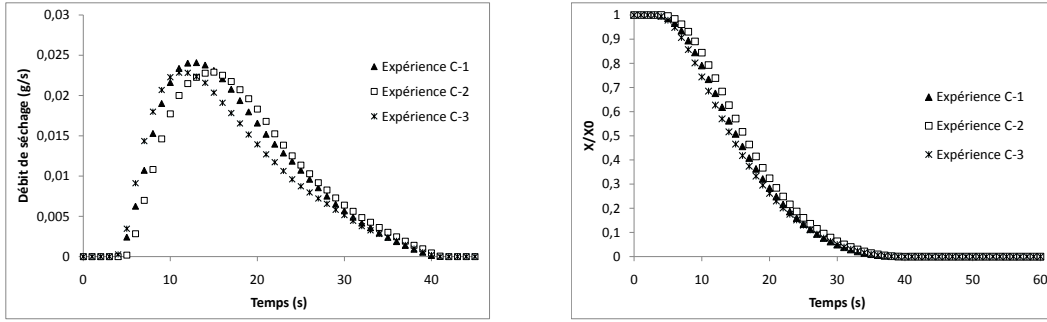
	$t_{sec}$	$t_{25}$	$t_{50}$	$t_{75}$
$Var$ (s)	0,39	0,65	1,00	0,91

### 5.2.2 Influence des paramètres opératoires.

#### Étude de la dispersion de l'échantillon : mélange de cake et de billes de verre.

Le cake est constitué de particules de PVC humide liées entre elles par des ponts liquides. Ces agglomérats ont des difficultés à se disperser correctement dans le lit. Par ailleurs, l'étude réalisée sur le séchage des billes de verre humides a montré que la dispersion de l'échantillon dans le lit fluidisé avait une grande influence sur la cinétique de séchage.





(a) Évolution temporelle du débit de séchage. (b) Évolution temporelle de l'humidité normée du solide.

FIGURE 5.13 – Essais de reproductibilité (Exp. C-1 à C-3). Débit massique d'air : 10,8 kg/h ; Température de l'air : 41,6°C ; Humidité de l'air : 0,2 g d'eau / kg d'air sec ; Masse de cake : 2,9 g.

Afin de favoriser ce phénomène de dispersion, les échantillons de cake sont mélangés avec des billes de verre sèches à température ambiante avant l'introduction dans le lit pilote. Cette procédure casse les liaisons entre les particules humides, et donc améliore leur dispersion dans le lit.

On définit alors la fraction massique de billes de verre,  $\omega_{BV}$ , de la façon suivante :

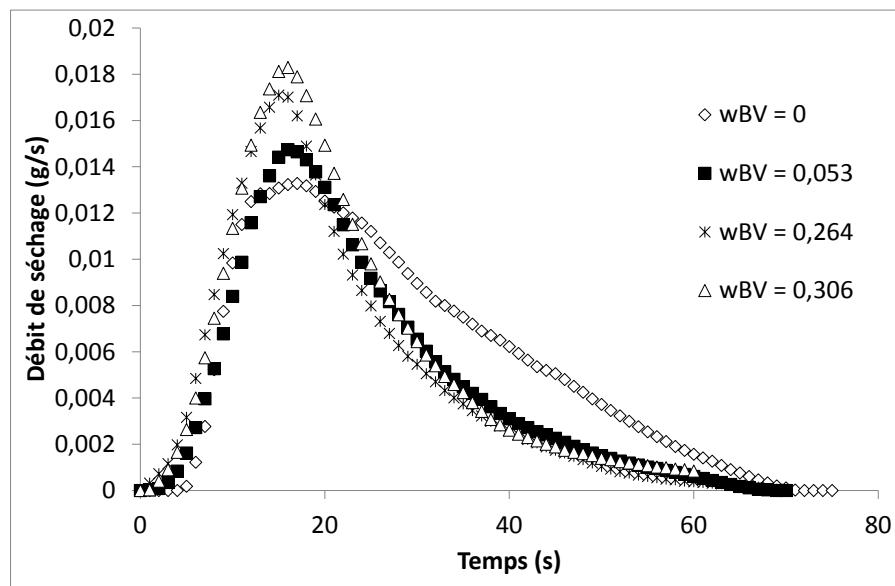
$$\omega_{BV} = \frac{m_{BV}}{m_{cake} + m_{BV}}. \quad (5.24)$$

Tableau 5.7 – Les expériences réalisées avec différentes fractions massiques de billes de verre.

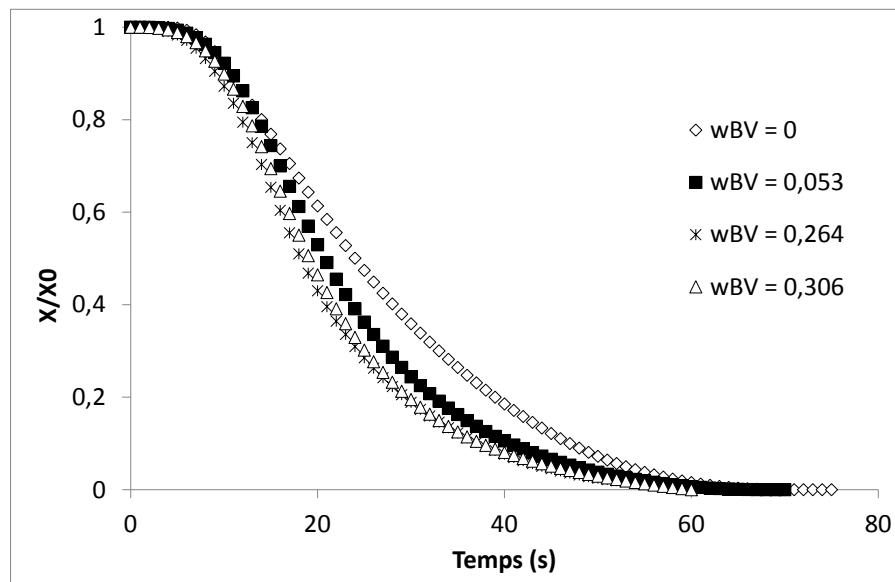
Exp.	$m_{cake}$ (g)	$X_0$ (kg/kg)	$m_{BV}$ (g)	$\omega_{BV}$ (-)	$t_{sec}$ (s)	$t_{25}$ (s)	$t_{50}$ (s)	$t_{75}$ (s)
C-20	2,94	0,17	0	0	15,6	24,0	35,8	53,0
C-21	2,91	0,14	0,16	0,053	14,9	20,5	28,8	46,9
C-22	2,91	0,13	1,05	0,264	13,0	17,3	24,5	41,3
C-23	2,91	0,15	1,28	0,306	13,8	18,6	25,1	44,3
Débit d'air : 10,8 kg/h					Température du lit : 34,2°C.			
Humidité initiale de l'air : 0,2 g d'eau / kg d'air sec.								

Le Tableau 5.7 et la Figure 5.14 présentent les conditions opératoires et l'effet de la fraction massique de billes de verre sur la cinétique de séchage des échantillons de PVC A.

La Figure 5.14 montre que ce paramètre a une forte influence sur la cinétique de séchage pour des valeurs inférieures à 0,25. Au delà de cette fraction massique, son influence est négligeable. Ainsi, pour la suite des essais, nous avons utilisé des échantillons de 2,9 g de cake et 2,9 g de billes de verre, ce qui correspond à une fraction massique de billes de verre de 0,5.

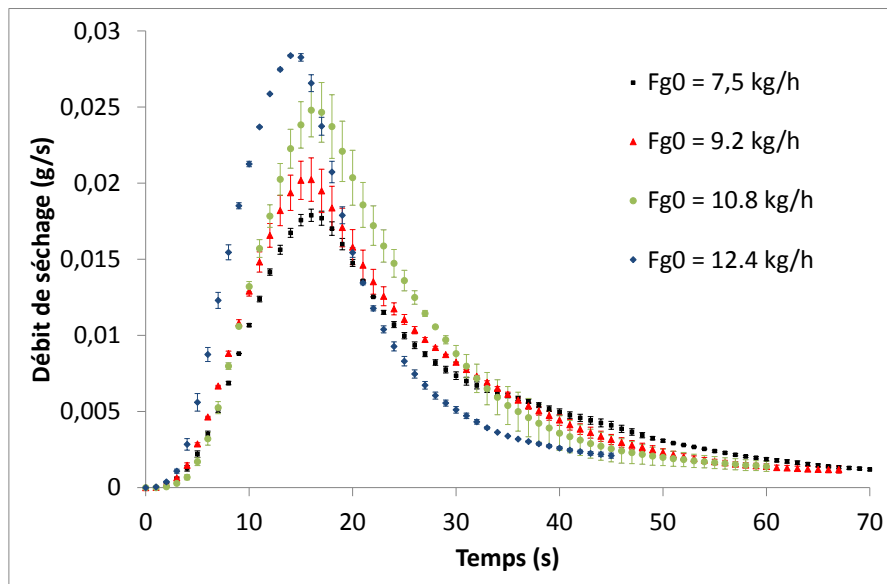


(a) Évolution du débit de séchage.

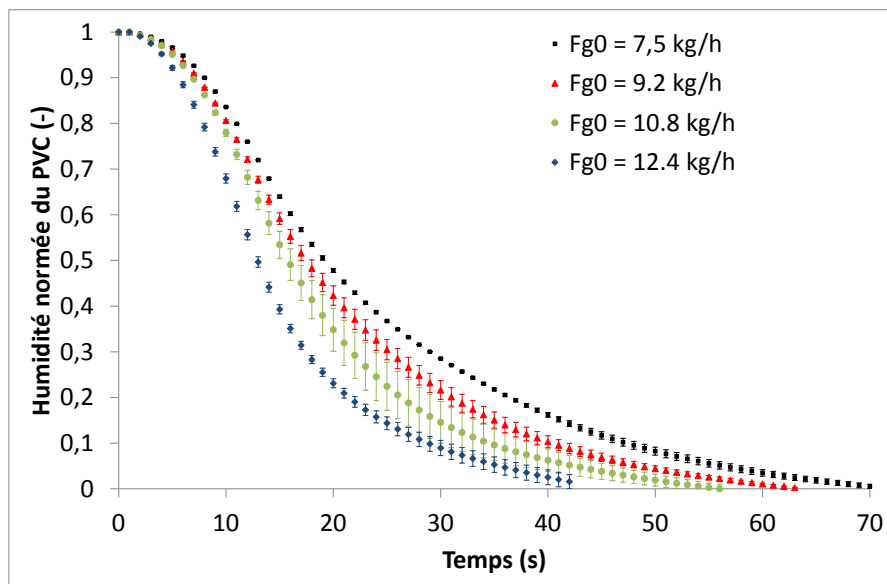


(b) Évolution de l'humidité normée du solide.

FIGURE 5.14 – Évolution du débit de séchage, et de l'humidité normée du solide pour différentes fractions massiques de billes de verre (Expériences C-20 à C-23).



(a) Évolution du débit de séchage.



(b) Évolution de l'humidité normée du solide.

FIGURE 5.15 – Évolution du débit de séchage et de l'humidité normée du solide pour différents débits d'air sec (Expériences C-4 à C-7).

### Effet du débit d'air de fluidisation.

Le débit d'air de fluidisation influence la cinétique de séchage à travers plusieurs phénomènes physiques :

- L'intensification des transferts convectifs : plus la vitesse de l'air est importante, plus la vitesse relative entre l'air et les particules ( $U_{sl}$ ) l'est. Et, comme vu dans le Chapitre 3, une augmentation de ce paramètre, en intensifiant les transferts externes de matière et de chaleur, va réduire le temps de séchage.
- D'autre part, une augmentation du débit d'air, entraîne une fluidisation plus intense, et donc un meilleur mélange des particules au sein du lit. Ce phénomène va donc favoriser la dispersion de l'échantillon de cake dans le lit. Or, comme vu précédemment, ce phénomène de dispersion a une influence non négligeable sur la cinétique de séchage.
- Et finalement, une augmentation du débit massique d'air réduit l'humidité moyenne de l'air dans le lit, ce qui permet d'augmenter le potentiel de séchage  $Y^* - Y_s$ .

L'effet du débit d'air a été étudié entre 7,5 et 12,4 kg/h correspondant respectivement à des vitesses de 22,2 et 37,4 cm/s. Cette plage de vitesse est comprise entre 2,5 et 4,3 fois la vitesse minimale de fluidisation des billes de verre (Tableau 5.8).

Tableau 5.8 – Liste des expériences réalisées à différents débits d'air sec.

Exp.	Cake	$X_0^{calc}$ (kg/kg)	$F_g^0$ (kg/h)	$U_g$ (cm/s)	$U_g/U_{mf}^{BV}$ (-)	$t_{sec}$ (s)	$t_{25}$ (s)	$t_{50}$ (s)	$t_{75}$ (s)
C-4	PVC A	0,18	7,5	22,2	2,5	56,3	32,5	19,2	12,2
C-5	PVC A	0,19	9,2	27,2	3,1	48,6	27,9	17,5	11,4
C-6	PVC A	0,21	10,8	32,3	3,7	42,4	23,8	15,8	10,6
C-7	PVC A	0,19	12,4	37,4	4,3	34,7,0	28,2	12,0	7,8

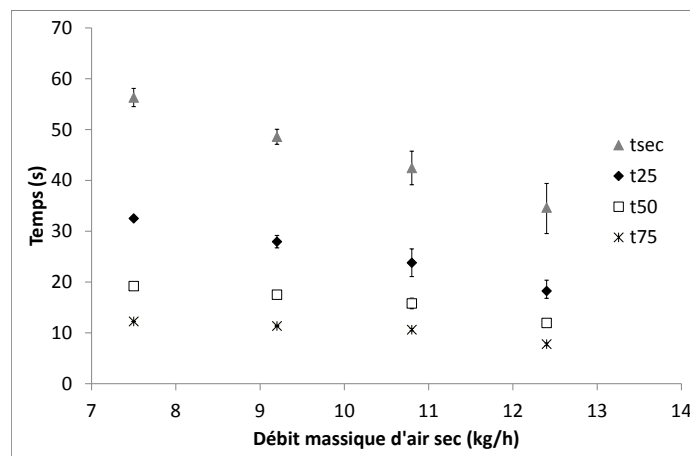
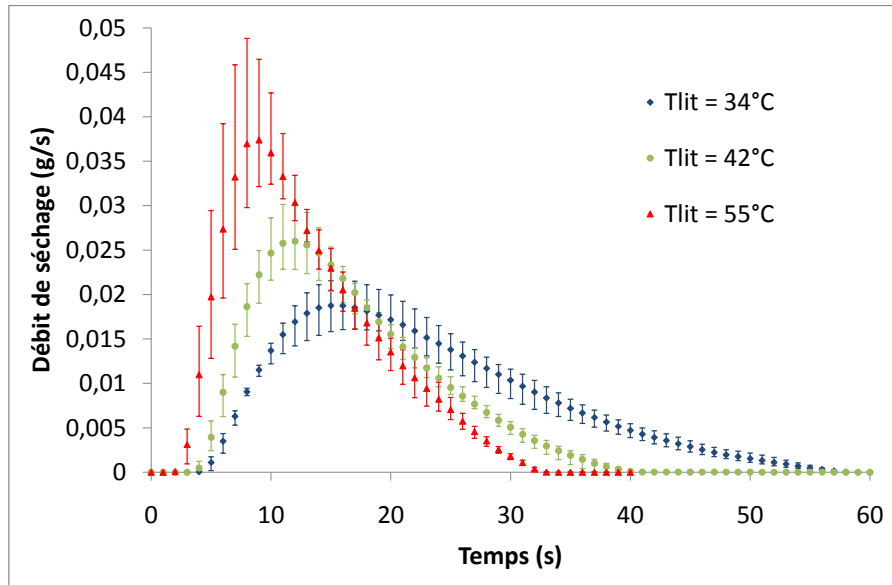
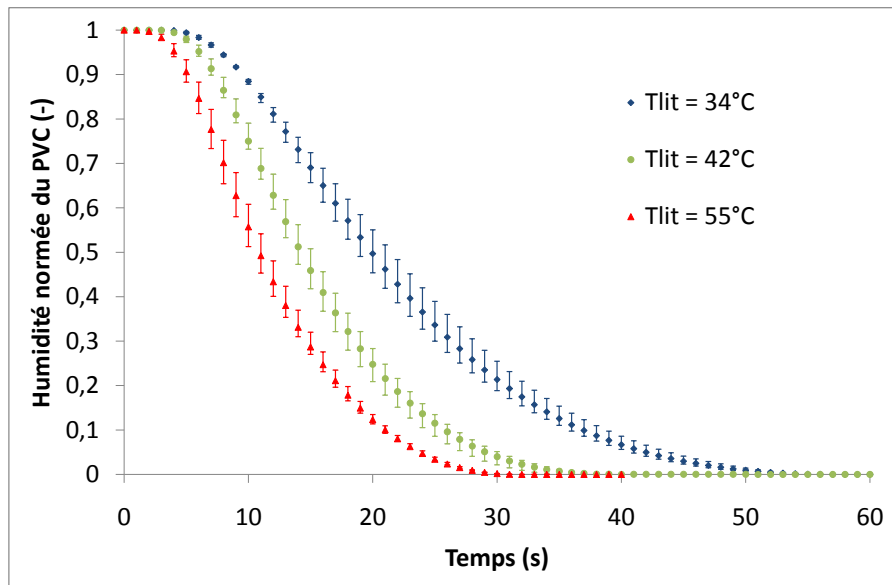


FIGURE 5.16 – Évolution des temps caractéristiques de séchage pour différents débits d'air sec (Expériences C-4 à C-7).

Les résultats expérimentaux portés sur les Figures 5.15 et 5.16 montrent qu'une augmentation du débit d'air sec de 7,5 à 12,4 kg/h réduit le temps de séchage,  $t_{sec}$ , de 59 à 41



(a) Évolution du débit de séchage.



(b) Évolution de l'humidité normée du solide.

FIGURE 5.17 – Évolution du débit de séchage et de l'humidité normée du solide pour différentes température du lit (Expériences C-8, C-9, et C-10).

secondes. Ces résultats montrent que la cinétique de séchage du PVC est partiellement contrôlée par les transferts externes. Par ailleurs, la Figure 5.16 montre un effet prépondérant de ce facteur pour des valeurs inférieures à 9 kg/h.

### 5.2.3 Influence des paramètres intrinsèques.

#### Effet de la température du lit.

L'augmentation de la température du lit favorise l'opération de séchage par son effet conjugué sur l'équilibre thermodynamique entre phases et sur la cinétique de séchage. En effet, une élévation de la température du lit augmente directement le potentiel d'échange thermique,  $T_{Lit} - T_p$  d'une part, et le potentiel d'échange de matière ( $Y^{sat} - Y$ ) d'autre part, en augmentant l'humidité à saturation.

Les Figures 5.17 et 5.18 représentent l'effet de la température du lit sur la cinétique de séchage à travers les résultats des expériences C-8, C-9, et C-10. Les conditions opératoires et les temps caractéristiques de ces expériences sont résumés dans le Tableau 5.9.

Tableau 5.9 – Liste des expériences réalisées à différentes températures du lit.

Exp.	Cake	$X_0^{calc}$ (kg/kg)	$T_{Lit}$ (°C)	$F_g^0$ (kg/h)	$U_g$ (cm/s)	$Y^{sat}$ (g/kg)	$t_{sec}$ (s)	$t_{25}$ (s)	$t_{50}$ (s)	$t_{75}$ (s)
C-8	PVC A	0,19	34	10,8	33,2	35,1	41,8	28,3	20,0	13,6
C-9	PVC A	0,17	42	10,8	34,1	53,9	29,0	18,5	14,2	10,0
C-10	PVC A	0,21	55	10,8	35,5	114,6	23,8	15,9	10,9	7,4

Humidité initiale de l'air : 0,2 g d'eau / kg d'air sec.

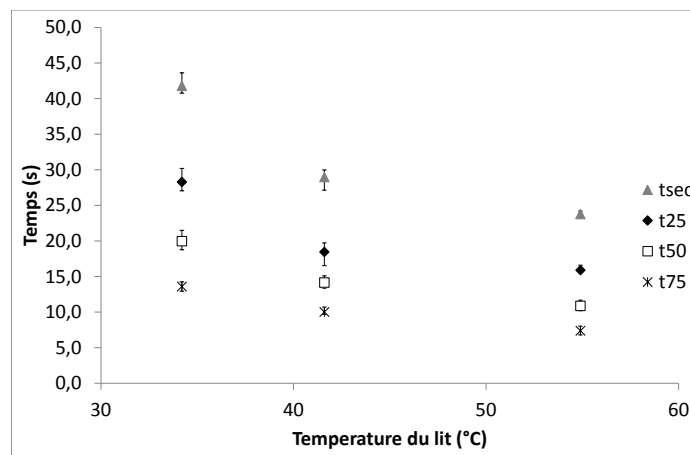


FIGURE 5.18 – Évolution des temps caractéristiques de séchage pour différentes températures du lit (Expériences C-8, C-9, et C-10).

Ces résultats montrent qu'une augmentation de la température du lit de 34 à 55°C diminue fortement le temps de séchage de 42 à 24 secondes. La température du lit a donc une

grande influence sur la cinétique de séchage. En effet, même si les températures utilisées sont relativement proches (entre 35 et 55°C), l'augmentation de l'humidité à saturation de l'air est conséquente (de 35 à 115 g d'eau / kg d'air sec). De plus, l'augmentation de la température du lit, à débit massique d'air constant, entraîne une légère augmentation de la vitesse de l'air, ce qui accentue l'effet de la température.

Ceci confirme qu'une augmentation de la température du lit accélère la cinétique de séchage du PVC en poudre, en agissant sur les potentiels d'échanges de chaleur et de matière.

### Effet de l'humidité initiale de l'air.

Comme la température, l'humidité de l'air varie grandement le long du séchoir industriel, il est donc intéressant d'examiner son influence sur la cinétique du séchage du PVC.

L'humidité initiale de l'air influence la cinétique de séchage à travers le transfert de matière. En effet, une augmentation de l'humidité initiale de l'air, entraîne une réduction du potentiel d'échange de matière, et donc un ralentissement de la cinétique de séchage. De plus, une humidité initiale de l'air suffisamment proche de la saturation peut provoquer des phénomènes de condensation pendant le procédé de séchage. Il est donc nécessaire de bien maîtriser ce paramètre en respectant une marge de sécurité pour éviter le phénomène de condensation.

En lit fluidisé, l'humidité de l'air influence aussi l'électricité statique générée par les particules de PVC (Diguët, 1996). En effet plusieurs études (Guardiola et al., 1996) (Boland and Geldart, 1972) (Ciborowski and Wlodarski, 1962) montrent que sous un seuil critique d'humidité relative de l'air de fluidisation, le lit fluidisé se charge et se décharge spontanément, en électricité statique. Ce phénomène a tendance à former des zones semi-stagnantes dans le lit qui, à leur tour, défavorisent la dispersion de l'échantillon de cake dans le lit de billes de verre. Expérimentalement, ce phénomène est mis en évidence par l'observation de particules de PVC sèches collées en paroi du lit fluidisé.

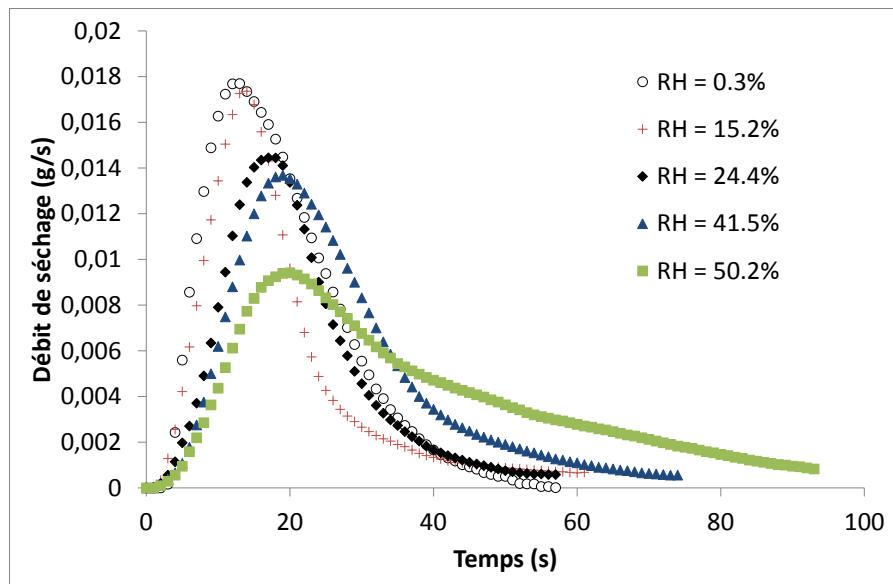
Les Figures 5.19 et 5.20 présentent l'effet de la variation de l'humidité initiale de l'air sur la cinétique de séchage à travers les expériences C-11 à C-15. Les conditions opératoires et les temps caractéristiques de ces expériences sont résumés dans le Tableau 5.10.

Tableau 5.10 – Liste des expériences réalisées avec différentes humidités initiales de l'air.

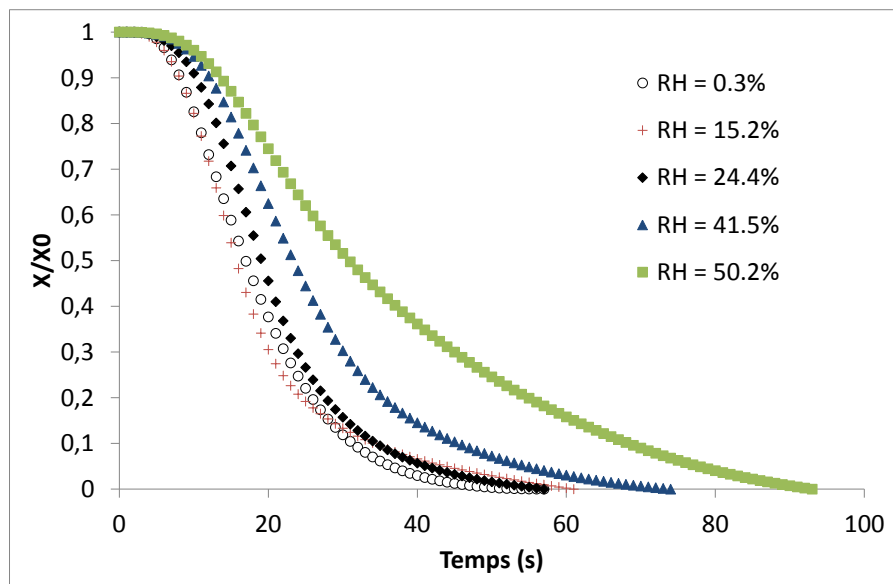
Exp.	Cake	$X_0^{calc}$ (kg/kg)	$T_{Lit}$ (°C)	RH (%)	$Y_0$ (g/kg)	$Y^{sat}$ (g/kg)	$t_{sec}$ (s)	$t_{25}$ (s)	$t_{50}$ (s)	$t_{75}$ (s)
C-11	PVC A	0,14	36,6	0	0,2	40,4	36,5	23,9	17,0	11,6
C-12	PVC A	0,16	36,5	15,2	5,8	40,2	43,8	21,9	15,7	11,4
C-13	PVC A	0,13	36,5	24,4	9,3	40,2	41,2	25,6	19,1	14,1
C-14	PVC A	0,14	36,7	41,5	16,2	40,6	54,7	32,5	23,4	16,8
C-15	PVC A	0,14	36,6	50,2	19,7	40,4	72,4	45,3	28,5	18,7

Ces résultats montrent deux tendances :

- A forte humidité initiale ( $Y_0 > 16$  g d'eau / kg d'air sec), une augmentation de l'humidité initiale de l'air de 16 à 20 g d'eau / kg d'air sec augmente le temps de séchage de 55



(a) Évolution du débit de séchage.



(b) Évolution de l'humidité du solide normée.

FIGURE 5.19 – Évolution du débit de séchage et de l'humidité normée du solide pour différentes humidités initiales de l'air (Expériences C-11 à C-15).



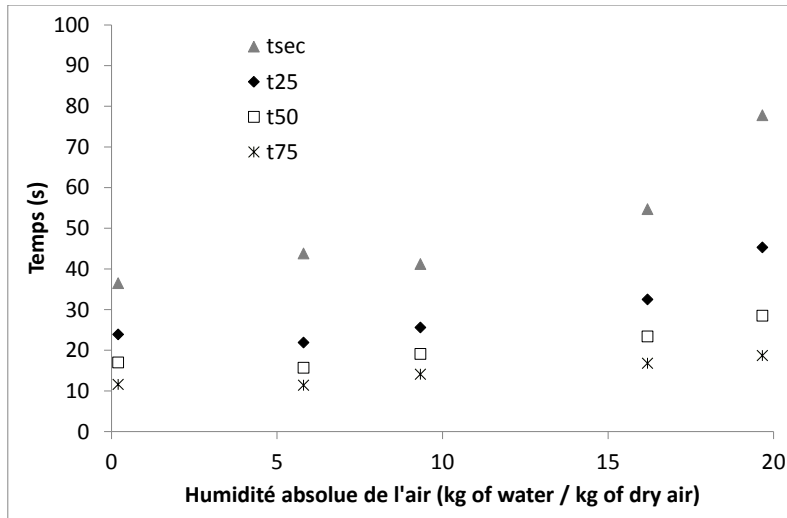


FIGURE 5.20 – Évolution des temps caractéristiques pour différentes humidités initiales de l'air (Expériences C-11 à C-15).

à 72 secondes. Ceci confirme qu'une augmentation de l'humidité initiale à température constante résulte en une diminution du potentiel de séchage et un ralentissement de la cinétique de séchage.

- A faible humidité initiale ( $Y_0 < 10$  g d'eau / kg d'air sec), l'humidité initiale de l'air a peu d'influence sur la cinétique de séchage. Ceci peut être expliqué par une mauvaise dispersion du cake dans le séchoir provoquée par les phénomènes électrostatiques. Au delà de 15 g d'eau / kg d'air sec, la réduction de l'effet de l'électricité statique conduit à un mélange plus intense des particules solides et à une accélération de la cinétique de séchage.

### Effet de la morphologie des particules : comparaison des différents grades de PVC.

Les grades de PVC produit par INEOS diffèrent principalement par leur diamètre, leur humidité initiale, leur porosité interne aux agglomérats, et leur affinité vis à vis de l'eau. Par contre leur porosité globale est relativement proche. Les différences d'humidité initiale proviennent de l'étape de centrifugation, dont l'efficacité varie selon la recette de polymérisation, et plus particulièrement de la tension de surface de l'eau de la bouillie (suspension eau-PVC). Chacun de ces paramètres a un effet sur la cinétique de séchage :

- Plus l'humidité initiale d'un grade est grande, plus la quantité d'eau à évaporer l'est, et donc le temps de séchage long.
- Plus le diamètre des particules est grand, plus la surface d'évaporation par unité de volume est faible, ce qui implique une cinétique de séchage plus lente.
- La diffusion de la vapeur d'eau en phase solide dépend de la taille moyenne et de la distribution de taille des pores. Lorsque la taille des pores devient inférieure à 80 nm, le transfert est contrôlé à la fois par la diffusion moléculaire, mais aussi la diffusion

## 5.2. ÉTUDE EXPÉRIMENTALE DU SÉCHAGE DU PVC EN POUDRE.

de Knudsen. Ainsi, le séchage d'une particule ayant une part importante de porosité interne aux agglomérats sera donc plus lent.

- Plus l'affinité d'un grade de PVC vis à vis de l'eau est importante, plus le séchage de ce grade sera difficile. En effet, l'énergie nécessaire pour désorber les molécules d'eau de la surface sera plus importante.

Dans le Tableau 5.11 sont rappelés les caractéristiques physiques des différents grades de PVC, ainsi que leurs humidité initiale ( $X_0$ ) et surfacique ( $X_{surf}$ ). Notons que l'humidité surfacique représente l'écart entre l'humidité initiale et celle nécessaire pour combler le volume poreux du PVC. La Figure 5.21 rappelle les équilibres d'adsorption de la vapeur d'eau sur les quatre grades de PVC étudiés.

Tableau 5.11 – Rappel des caractéristiques physiques et morphologiques des différents grades.

Exp.	Grade	$X_0^{calc}$ (kg/kg)	$X_{surf}$ (kg/kg)	$d_{[3,2]}$ ( $\mu\text{m}$ )	$\chi_{globale}$ (%)	$\bar{d}_{pore}^{macro}$ (nm)	$\chi_{meso}$ (%)	$\bar{d}_{pore}^{més}$ (nm)
C-16	PVC A	0,25	0	142,0	29,2	3335,6	2,09	81,6
C-17	PVC B	0,34	0,05	155,5	29,0	1597,3	1,34	77,2
C-18	PVC C	0,37	0,02	168,0	33,1	1931,7	1,34	73,4
C-19	PVC D	0,47	0,16	154,6	30,0	1899,5	0,52	45,6

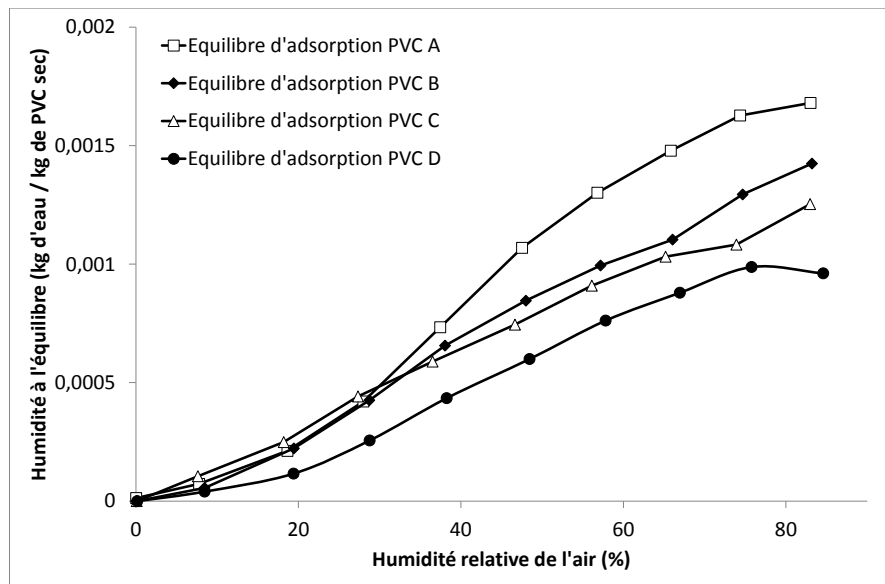


FIGURE 5.21 – Equilibres d'adsorption des différents grades de PVC.

Par comparaison, les grades de PVC peuvent être classés suivant leurs différentes propriétés :

➤ *classement selon l'humidité initiale croissante :*

$$\text{PVC A} < \text{PVC B} < \text{PVC C} < \text{PVC D},$$

➤ *classement selon le diamètre croissant :*

$$\text{PVC A} < \text{PVC D} \leq \text{PVC B} < \text{PVC C},$$

➤ *classement selon le pourcentage croissant de porosité interne aux agglomérats :*

$$\text{PVC D} < \text{PVC B} = \text{PVC C} < \text{PVC A}.$$

➤ *classement selon l'affinité croissante vis à vis de l'eau :*

$$\text{PVC D} < \text{PVC C} < \text{PVC B} < \text{PVC A}.$$

La Figure 5.22 présente l'effet de la morphologie des particules de PVC sur la cinétique de séchage (expériences C-16 à C-19) réalisées avec les différents grades de PVC fournis par INEOS-ChlorVinyls. Les valeurs des temps caractéristiques de séchage de ces expériences sont résumées dans le Tableau 5.12.

Cette Figure montre que la cinétique de séchage des différents grades est relativement proche. L'effet de la morphologie des particules est moins prépondérant que l'effet de la majorité des paramètres externes. En tenant compte de la durée du séchage, on peut classer les grades dans l'ordre suivant :

$$\text{PVC A} < \text{PVC D} < \text{PVC C} < \text{PVC B}.$$

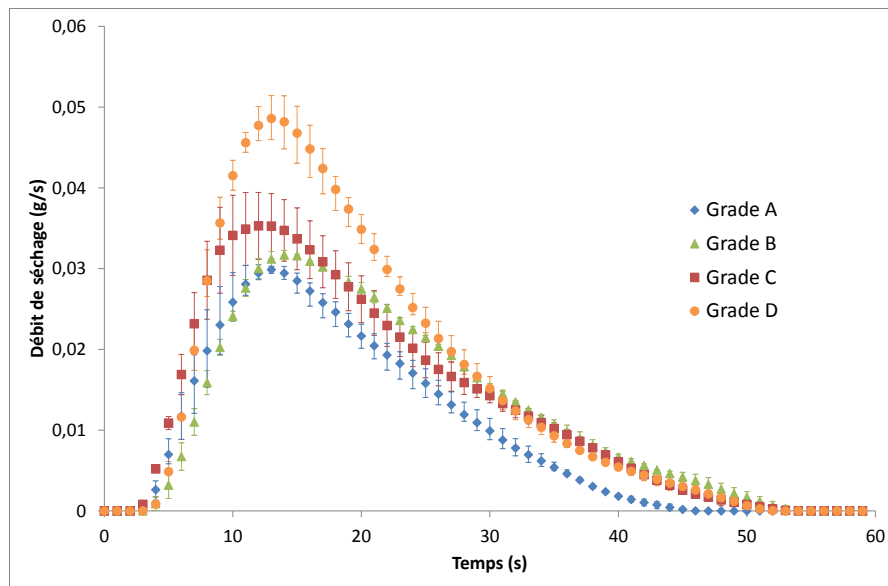
Le grade A ayant une humidité initiale bien plus faible que les trois autres, et donc une quantité d'eau à évaporer moindre, son temps de séchage est le plus court (32,9 secondes).

Cependant on note que malgré une humidité initiale plus importante, le grade D est plus rapide à sécher que le grade B (temps de séchage respectifs : 36,8 et 40,4 secondes). Ce phénomène s'explique par la différence de porosité interne aux agglomérats. En effet, le grade D a le plus faible taux de pores de faibles tailles, ce qui explique que malgré une importante humidité initiale, il soit plus rapide à sécher.

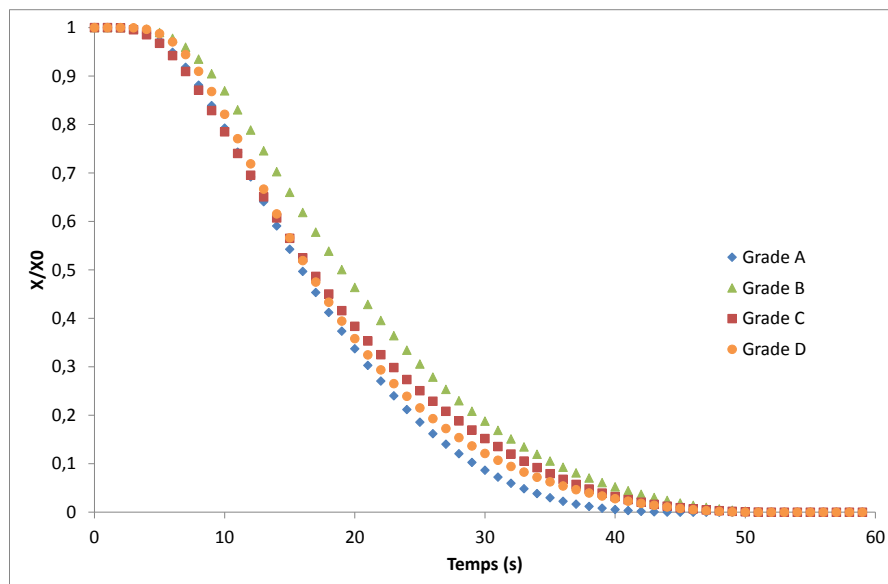
De la même façon, le grade C, qui a une humidité initiale intermédiaire entre les grades B et D et un taux de porosité interne aux agglomérats similaire au grade B, a un temps de séchage intermédiaire (37,8 secondes).

Ces résultats montrent donc que, pour les conditions opératoires testées, le grade de PVC a un faible effet sur la cinétique de séchage. Cependant, la morphologie des particules de PVC, et plus particulièrement la présence de pores de faibles tailles, a une influence non négligeable sur la cinétique de séchage. Il faudra donc prendre en compte la structure interne des particules et les phénomènes physiques associés afin de modéliser avec précision la séchage d'une particule de PVC.

## 5.2. ÉTUDE EXPÉRIMENTALE DU SÉCHAGE DU PVC EN POUDRE.



(a) Évolution du débit de séchage.



(b) Évolution de l'humidité normée du solide.

FIGURE 5.22 – Évolution du débit de séchage et de l'humidité normée du solide pour les différents grades de PVC étudiés (Expériences C-16 à C-19).

Tableau 5.12 – Cinétique de séchage des différents grades de PVC : Temps caractéristiques.

Exp.	Grade	$t_{sec}$ (s)	$t_{25}$ (s)	$t_{50}$ (s)	$t_{75}$ (s)
C-16	PVC A	32,9	22,7	15,9	10,9
C-17	PVC B	40,4	27,1	19,0	12,9
C-18	PVC C	37,8	25,1	16,7	10,8
C-19	PVC D	36,8	24,0	16,8	11,8

Débit massique d'air sec : 10,8 kg/h.      Température du lit : 42°C.  
Humidité initiale de l'air : 0,2 g d'eau / kg d'air sec.

### 5.3 Conclusion.

Dans ce chapitre, nous avons présenté les différentes études permettant :

- de caractériser notre pilote expérimental (lit fluidisé à immersion),
- et d'obtenir les données cinétiques à l'échelle d'un grain de PVC.

Une étude préalable, réalisée avec des billes de verre humides, a permis :

- de définir les conditions optimales d'introduction du produit humide,
  - et d'évaluer le coefficient de transfert de matière associé à notre pilote expérimental.
- L'exploitation des données est réalisée à l'aide d'un modèle qui simule les phénomènes de transferts couplés de chaleur et de matière à l'échelle d'une particule humide.

Cette étude a montré que le coefficient de transfert de matière dépend de la vitesse du gaz, alors qu'il est peu dépendant de la température du lit. L'effet des paramètres opératoires sur le coefficient de transfert est représenté par la relation suivante :

$$Sh = 0,149 \cdot Re^{0,786}. \quad (5.25)$$

L'étude de la cinétique de séchage du cake a été réalisée en discontinu en injectant des échantillons contenant 2,9 g de cake et 2,9 g de billes de verre dans le lit fluidisé à immersion.

L'influence des différents paramètres expérimentaux sur la cinétique de séchage du PVC a été examinée. Les résultats ont montré que :

- La vitesse de l'air de fluidisation a un effet non négligeable sur la cinétique de séchage. Ces résultats montrent que le séchage du PVC est contrôlé par une combinaison des transferts externes et des transferts internes. Les premiers dépendent de l'hydrodynamique du séchoir, alors que les seconds dépendent des phénomènes de transfert qui se produisent à l'échelle moléculaire dans les différentes phases présentes dans le solide, et plus particulièrement de la diffusion de la vapeur d'eau dans les pores.
- La température du lit a un effet prépondérant sur la cinétique de séchage. En effet, ce paramètre clef affecte non seulement le transfert de chaleur mais aussi le transfert de matière.
- L'augmentation de l'humidité de l'air de fluidisation défavorise la cinétique de séchage. Cependant, à basse humidité, la présence des phénomènes électrostatiques dans le lit, en modifiant son comportement hydrodynamique, peuvent affecter la cinétique de séchage.

- La morphologie (taille, porosité, hygroscopicité, ...) des particules étudiées (quatre grades fournis par INEOS) a un effet moindre sur la cinétique de séchage que les autres paramètres étudiés. Parmi les paramètres morphologiques, le taux de porosité interne aux agglomérats peut être considéré comme le plus influent.

En conclusion, les résultats expérimentaux de ce chapitre ont montré que, malgré les bonnes propriétés de mélange du lit fluidisé, la cinétique de séchage du PVC en poudre est fortement dépendante des conditions opératoires, notamment de la température de séchage. De plus, la diffusion de la vapeur d'eau à travers les mésopores, phénomène limitant du séchage de telles particules, est un paramètre non négligeable. Ceci montre donc que la cinétique de séchage à l'échelle d'un grain de PVC est contrôlée à la fois par les transferts externes et par les transferts internes à la particule. La modélisation du séchage d'une particule de PVC devra donc prendre en compte tous les phénomènes physiques associés à ces transferts.

# Chapitre 6

## Modèles cinétiques.

### Sommaire

---

<b>6.1</b>	<b>Modélisation des transferts couplés à l'échelle de la particule.</b>	<b>148</b>
6.1.1	Choix du modèle. . . . .	148
6.1.2	Modélisation de la cinétique de séchage à l'échelle du grain. . . .	150
<b>6.2</b>	<b>Modélisation du lit fluidisé à immersion.</b>	<b>152</b>
6.2.1	Exemples de résultats : . . . . .	155
	Influence relative des résistances internes et externes au transfert de matière. . . . .	157
	Comparaison avec les résultats expérimentaux. . . . .	158
6.2.2	Etude paramétrique du modèle. . . . .	159
	Influence de la distribution de tailles de particules. . . . .	159
	Influence des propriétés texturales des particules de PVC. . . . .	159
	Influence de l'humidité initiale du cake. . . . .	161
6.2.3	Comparaison des résultats théoriques et expérimentaux : influence des paramètres opératoires. . . . .	162
<b>6.3</b>	<b>Simulation numérique 3D du lit fluidisé à immersion avec le code NEPTUNE_CFD.</b>	<b>165</b>
6.3.1	Equations de transport. . . . .	165
6.3.2	Paramètres numériques du cas de calcul. . . . .	168
	Maillage du lit fluidisé à immersion. . . . .	168
	Propriétés des phases. . . . .	169
	Conditions aux limites. . . . .	170
	Conditions initiales. . . . .	171
6.3.3	Présentation des résultats. . . . .	171
	Etude hydrodynamique. . . . .	173
	Champs de température et évolution au cours du temps. . . . .	176
	Evolution de l'humidité en sortie du lit. . . . .	180
	Influence de la nature du média fluidisé. . . . .	182
<b>6.4</b>	<b>Conclusion.</b>	<b>187</b>

---

## 6.1. MODÉLISATION DES TRANSFERTS COUPLÉS À L'ÉCHELLE DE LA PARTICULE.

---

L'objet de ce chapitre consiste à mettre au point un outil mathématique permettant de simuler la cinétique de séchage des particules de PVC à l'échelle du grain. Ce modèle cinétique repose sur l'écriture des équations bilans de matière et de chaleur sur la particule. Les transferts de matière sont modélisés en tenant compte de l'évaporation et de la diffusion de la vapeur d'eau à l'intérieur du solide, ainsi que de l'échange convectif entre la surface des particules et le milieu externe. Le transfert thermique tient compte de la conduction de chaleur à l'intérieur de la particule (dans la zone sèche) et du transfert convectif à la surface de la particule.

Dans le but de tenir compte de l'effet de l'atmosphère du séchoir (température et humidité), ces équations sont couplées aux bilans de matière et de chaleur sur le séchoir. La modélisation du séchoir est réalisée par deux approches différentes :

- La première, dite 0D, repose sur l'exploitation des propriétés de base du lit fluidisé qui sont : son isothermicité et le mélange parfait du solide. Par ailleurs, cette dernière propriété couplée à la faible quantité de cake (2,9 g) introduite dans 1,5 kg de média fluidisé nous permet de considérer que l'humidité de l'air dans le séchoir est uniforme et sa valeur identique à celle mesurée en sortie.
- La seconde repose sur une représentation 3D du séchoir en tenant compte des transferts couplés de quantité de mouvement, de matière et de chaleur, dans des systèmes polydisperses.

Les résultats de la simulation du séchage du PVC à l'échelle du grain ont montré que, dans les conditions opératoires retenues (faibles tailles de particules), la résistance à la conduction de chaleur à l'intérieur du grain est négligeable devant l'échange convectif. Dans ce cas, la température à l'intérieur du grain peut être considérée comme uniforme.

La comparaison entre les résultats expérimentaux et ceux obtenus par la simulation a montré que la cinétique de séchage est contrôlée par une combinaison entre les transferts internes et externes aux particules. Ce phénomène est expliqué par le fait que la porosité interne du grain est constitué essentiellement de macroporosité et que l'affinité du PVC vis à vis de l'eau est très faible. La simulation 3D des phénomènes hydrodynamiques et thermiques a confirmé les hypothèses du modèle 0D

## 6.1 Modélisation des transferts couplés à l'échelle de la particule.

### 6.1.1 Choix du modèle.

L'étude du séchage de solides poreux et celle des réactions gaz/solides hétérogènes présentent de grandes similitudes. Ainsi les modèles utilisés pour le séchage de solides poreux dérivent le plus souvent de ceux employés pour les réactions gaz/solides (Agarwal et al., 1986) (Abuaf and Staub, 1986) (Cheong et al., 1986) (Levi-Hevroni et al., 1995).

Szekely et al. (1976) résument les différentes étapes rencontrées lors des interactions chimiques entre un gaz et des particules solides poreuses :

- Transports externes (de chaleur et/ou de matière) du gaz vers la surface externe des particules.



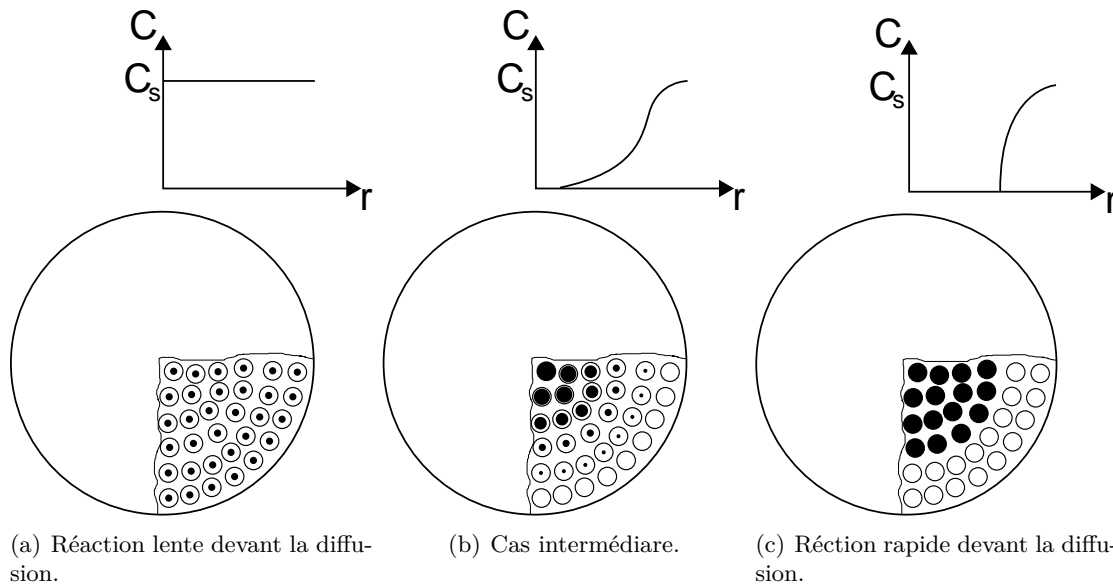


FIGURE 6.1 – Représentation du modèle pastille-grain lors de la réaction d'un solide poreux avec un gaz (les courbes représentent schématiquement les profils radiaux de la concentration de réactif).

- Diffusion des réactifs en phase fluide à travers les pores des particules.
- Réaction chimique (ou, dans notre cas particulier, évaporation de l'humidité) en surface.
- Diffusion des produits dans les pores, vers la surface des particules.
- Transports externes de la surface des particules vers le gaz.

De nombreuses études (Ishida and Wen, 1971), (Szekely et al., 1973) et (Tien and Turkdogan, 1972) concernent la modélisation de ces phénomènes dans le cas de particules composées d'agglomérats de particules primaires. On parle alors de modèle "pastille-grain", représenté sur la Figure 6.1. En général, deux cas limites sont pris en compte :

- Si l'étape de transformation est lente devant la diffusion dans le solide, la réaction va avoir lieu uniformément dans tout le volume de la particule, et la concentration du gaz sera considérée comme homogène (Figure 6.1(a)). On parle alors du modèle volumique uniforme.
- A l'inverse, si la diffusion dans le solide est extrêmement lente, la transformation aura lieu au sein de la particule, à l'image d'un front qui sépare nettement une zone non convertie d'une zone ayant totalement réagi (Figure 6.1(c)). On parle alors de réaction contrôlée par la diffusion en phase solide.

La Figure 6.1(b) présente un cas intermédiaire, où la transformation est contrôlée la fois par la réaction chimique, et par la diffusion dans les pores.

Comme montré dans les Chapitres 1 et 2, les particules de PVC sont constituées d'un empilement de particules primaires de formes plus ou moins sphériques. L'étude morphologique (distribution de tailles de pores) a montré la présence de deux familles de pores :

- les pores externes aux agglomérats, de tailles supérieures à 250 nm, qui représentent l'espace interstitiel de la pastille (espace libre entre les agglomérats) et qui constituent plus de 93% du volume poreux,
- et les mésoporosités qui représentent la porosité des agglomérats, cette porosité représente entre 1,7 et 6,7% du volume poreux.

## 6.1. MODÉLISATION DES TRANSFERTS COUPLÉS À L'ÉCHELLE DE LA PARTICULE.

A cause de la faible valeur de la porosité des agglomérats, une particule de PVC humide est considérée comme une pastille constituée de grains non poreux dont l'espace interstitiel entre les grains est rempli d'eau. De plus, dans le cas où l'humidité initiale des particules est supérieure à celle nécessaire pour combler le volume poreux, on tient compte de la présence de l'eau surfacique (Figure 6.2). En tenant compte de la faible affinité de l'eau vis à vis du PVC (forte valeur de l'angle de contact, faible valeur de l'humidité à l'équilibre) et des grandes dimensions des pores, on peut négliger certains processus élémentaires du séchage comme la capillarité et la diffusion en phase liquide (migration). Dans ce cas, le seul mécanisme pouvant contrôler la cinétique de séchage est celui de la diffusion de la vapeur d'eau dans les pores.

Ainsi, à un instant donné du séchage, un grain de PVC peut être représenté comme un noyau humide dont l'humidité est identique à l'humidité initiale de la particule, entouré d'une zone dite "sèche" constituée d'agglomérats secs (Figure 6.2). Cette zone sèche est traversée par un flux de vapeur d'eau dont la valeur dépend de la température de la particule, qui impose la pression partielle de vapeur d'eau à la surface du noyau humide, et la pression partielle de la vapeur d'eau dans l'atmosphère entourant la particule. On considère le plus souvent un équilibre local entre la phase solide et le gaz dans la zone sèche. En se basant sur les équilibres de sorption de la vapeur d'eau sur les particules de PVC, présentés dans le Chapitre 2, on peut conclure que l'humidité résiduelle (humidité à l'équilibre) dans la zone sèche est extrêmement faible (inférieure à 1,7 g d'eau / kg de PVC sec). Pour cette raison, lors de la modélisation, on considère cette zone comme complètement sèche.

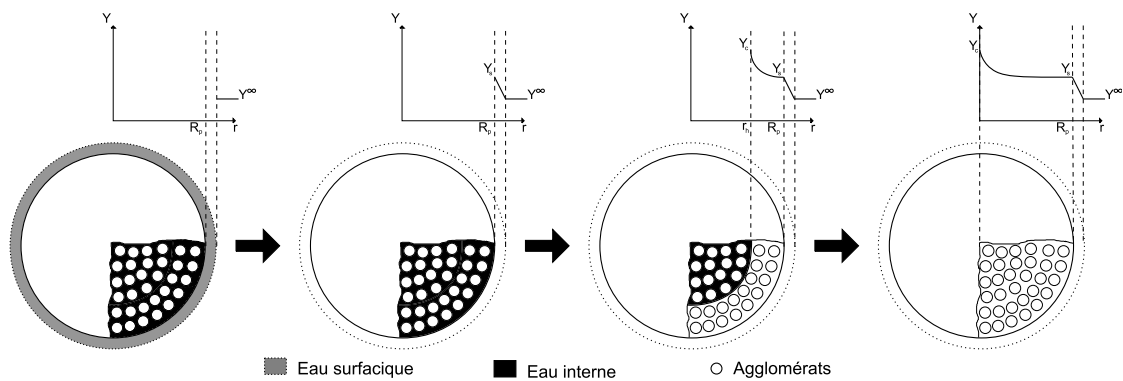


FIGURE 6.2 – Principe du modèle de type noyau rétrécissant (les courbes représentent les profils radiaux d'humidité de l'air dans la zone sèche).

### 6.1.2 Modélisation de la cinétique de séchage à l'échelle du grain.

Dans un premier temps, la modélisation de la cinétique de séchage à l'échelle de la particule a été réalisée en modélisant le séchage d'une particule isolée placée dans une atmosphère gazeuse à température et humidité données et constantes dans le temps, sans prendre en considération les phénomènes hydrodynamiques ou géométriques du lit fluidisé. Ce modèle considère :

- une seule direction de transfert,
- les échanges convectifs de chaleur et de matière en surface de la particule,
- la diffusion de la vapeur d'eau dans le gaz contenu dans les pores de la particule,

- et la conduction de la chaleur de la surface externe vers la surface du noyau humide, en considérant qu'à chaque instant la température est uniforme dans le noyau.

Dans le but d'alléger le manuscrit, les hypothèses, le développement des équations, et les résultats de ce modèle sont présentés dans l'Annexe F page 268.

L'intégration des équations du modèle fournit l'évolution temporelle du rayon du noyau humide, sa température, ainsi que les profils de température et d'humidité de l'air dans la zone sèche.

La faible taille des particules de PVC, les conditions de séchage retenues (faible température), et la faible valeur du nombre de Biot thermique (voir Annexe F) laissent penser que la conduction dans la croûte sèche est très rapide devant l'échange de chaleur convectif. Ainsi, une simulation a été réalisée en négligeant ce phénomène, c'est à dire en considérant qu'à chaque instant la température est uniforme dans la particule.

La Figure 6.3 présente les évolutions de la température et de l'humidité du solide avec ou sans la conduction de la chaleur dans la croûte sèche.

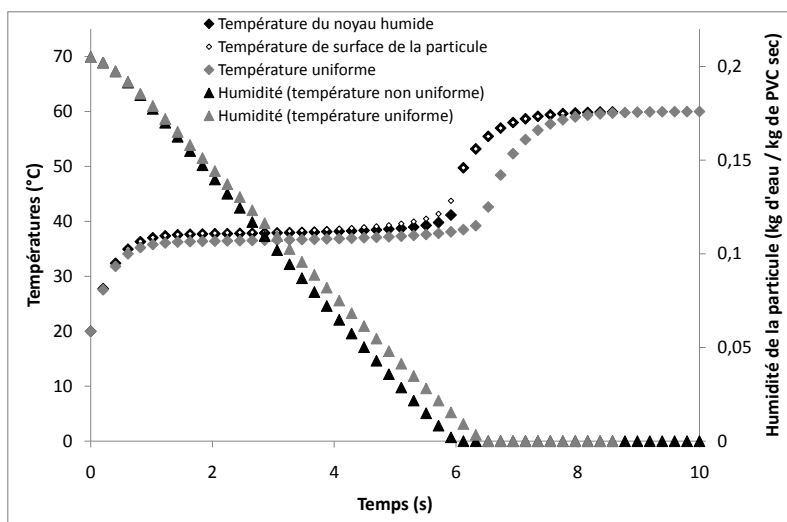


FIGURE 6.3 – Comparaison des résultats de modélisation avec et sans la conduction de la chaleur dans la croûte sèche.

Les résultats de ce modèle ont montré que, dans nos conditions opératoires (particules de faibles tailles, température de l'air comprise entre 40 et 60°C, ...) la conduction de la chaleur dans la croûte sèche a peu d'influence sur les résultats de simulation. En effet, cette Figure montre que les évolutions de l'humidité du solide sont proches, et que, dans le cas où la conduction de la chaleur est prise en compte, la différence de température entre le noyau humide et la surface de la particule n'excède jamais 0,5°C. De ce fait, ce phénomène est négligé dans l'établissement du modèle cinétique en lit fluidisé à immersion.

## 6.2 Modélisation du lit fluidisé à immersion.

Le séchoir à lit fluidisé à immersion est considéré comme un mélangeur parfait vis à vis des particules. Il est constitué de deux populations de particules :

- Les billes de verre (média), dont la température est considérée uniforme et constante dans le temps (température du lit). En effet, comme montré par les résultats expérimentaux (voir Figure 5.1(b) page 116), la faible masse de cake introduite dans le lit (inférieure à 3 grammes) permet de garantir une isothermicité du lit.
- Les particules de PVC humide, dont la température est considérée uniforme et variable dans le temps.

Dans le but d'exploiter nos résultats expérimentaux, le modèle de la cinétique de séchage développée précédemment est intégré dans le modèle du séchoir à lit fluidisé à immersion. Les équations du modèle mettent en jeu les bilans couplés de matière et de chaleur sur l'échantillon de cake ainsi que le bilan sur la phase gazeuse présente dans le séchoir. Ce dernier est représenté par différents modèles :

- Mélange parfait du gaz,
- Ecoulement piston du gaz et mélange parfait de la phase émulsion,
- Modèle bulles-émulsion.

Cependant l'effet sur les résultats étant peu notable, seuls les résultats obtenus avec le modèle le plus simple (réacteur parfaitement agité) sont présentés.

Ce modèle repose sur les hypothèses suivantes :

- les particules de PVC sont considérées parfaitement sphériques et quasi-homogènes,
- l'humidité de la particule est répartie entre l'humidité interne et l'humidité surfacique,
- l'évaporation de l'eau a lieu à la surface du noyau humide, appelée le front de séchage,
- à chaque instant, l'humidité du noyau humide est égale à l'humidité interne initiale de la particule,
- la température de la particule est uniforme.
- le transfert de matière est dirigé par la diffusion de la vapeur à travers la croûte sèche et par le transfert convectif à la surface de la particule,
- le transfert de chaleur est dirigé par le transfert convectif à la surface de la particule,

◇ Bilans couplés sur la particule :

Le modèle considère deux phases de séchage :

- l'élimination de l'eau surfacique (phase 1) qui implique seulement les transferts externes à la particule,
- l'élimination de l'eau interne (phase 2) qui implique à la fois les transferts externes et les transferts internes à la particule.

Suivant les caractéristiques des différents grades de PVC étudiés (porosité et humidité initiale), le modèle détermine si les particules présentent ou non de l'eau surfacique.

L'humidité maximale pouvant être contenue dans les pores des particules est calculée à partir de la porosité de la particule,  $\chi$ , par la relation suivante :

$$X_{pore} = \frac{\rho_{eau} \cdot \chi}{\rho_p}. \quad (6.1)$$

Dans le cas où l'humidité initiale des particules est supérieure à cette valeur, on considère que de l'eau surfacique est présente. L'humidité surfacique est alors déterminée ainsi :

$$X_{surf} = X_0 - X_{pore} \quad (6.2)$$

➤ *Elimination de l'humidité surfacique :*

L'élimination de l'humidité surfacique est simulée de manière analogue au modèle simulant le séchage de billes de verre présenté dans le chapitre précédent (Chapitre 5 Section 5.1.2 page 118) en considérant la présence d'un film continu d'eau à la surface de la particule.

On peut donc appliquer le bilan matière effectué sur les billes de verre humides (Equation (5.6)) au cas des particules de PVC :

$$\begin{aligned} \frac{dX}{dt} &= \frac{\rho_{eau}}{\rho_p} \cdot \frac{6}{d_p^3} \cdot (d_p + 2 \cdot \delta_{eau})^2 \cdot \frac{d\delta_{eau}}{dt} \\ &= -k_y \cdot \frac{6}{\rho_p \cdot d_p^3} \cdot (d_p + 2 \cdot \delta_{eau})^2 \cdot (Y^* - Y_s). \end{aligned} \quad (6.3)$$

avec  $\delta_{eau}$ , l'épaisseur du film d'eau et  $k_y$  le coefficient de transfert de matière convectif.

De la même manière, on peut adapter le bilan enthalpique effectué sur les billes de verre humides (Equation (5.16)) au cas des particules de PVC :

$$\begin{aligned} (C_{p_p} + X \cdot C_{p_{eau}}^L) \cdot \frac{dT_p}{dt} &= \frac{dX}{dt} \cdot [\Delta H_V(T_p) - C_{p_{eau}}^L \cdot (T_p - T_{ref})] \\ &\quad + \frac{6 \cdot h}{\rho_p \cdot \pi \cdot d_p^3} \cdot (\pi \cdot (d_p + 2 \cdot \delta_{eau})^2) \cdot (T_{lit} - T_p), \end{aligned} \quad (6.4)$$

avec  $h$  le coefficient de transfert convectif, et  $\Delta H_V(T_p)$  l'enthalpie de vaporisation de l'eau à la température de la particule.

➤ *Elimination de l'humidité interne :*

Une fois l'humidité surfacique évaporée (ou dans le cas où la particule ne contient que de l'humidité interne), les bilans sur l'échantillon de PVC sont semblables aux bilans présentés dans l'Annexe F (Equations (F.20) et (F.28)) et rappelés ci-dessous. Le bilan matière prend en compte à la fois la diffusion de la vapeur d'eau dans la croûte sèche et l'échange convectif en surface de la particule. Il s'exprime donc de la façon suivante :

$$\frac{dX}{dt} = -\frac{6}{\rho_p \cdot d_p} \cdot \frac{k_y}{1 + Bi_M \cdot (1 - R_p/r_h)} \cdot (Y^* - Y), \quad (6.5)$$

avec  $X$ , l'humidité de l'échantillon,  $k_y$  le coefficient de transfert de matière convectif, et  $Bi_M$  le nombre de Biot matière définit par :

$$Bi_M = \frac{k_y \cdot R_p}{D_{app} \cdot \rho_g} \quad (6.6)$$

Comme la température des particules de PVC est supposée uniforme, le bilan thermique ne tient compte que de l'échange convectif avec le gaz :

$$C_{p_{h,p}} \cdot \frac{dT_p}{dt} = \frac{3 \cdot h}{\rho_p \cdot R_p} \cdot (T_{Lit} - T_p) + (\Delta H_V(T_p) - C_{p_{eau}}^L \cdot (T_p - T_{ref})) \frac{dX}{dt}. \quad (6.7)$$

◇ Bilan matière sur la phase gazeuse présente dans le séchoir :

A l'instar du modèle présenté dans le chapitre précédent, le bilan matière sur le lit est exprimé de façon classique :

$$(Entrée) + (Production) = (Sortie) + (Accumulation). \quad (6.8)$$

On obtient alors :

$$F_g^0 \cdot Y_e - m_0 \cdot \frac{dX}{dt} = F_g^0 \cdot Y_s + V_{Lit} \cdot \alpha_g \cdot \rho_g \frac{dY_s}{dt}, \quad (6.9)$$

avec,  $F_g^0$  le débit massique d'air sec,  $m_0$  la masse de d'échantillon sec (PVC),  $V_{Lit}$  le volume effectif du lit de particules, et  $\alpha_g$  le taux de présence du gaz dans le lit.

◇ Paramètre du modèle :

Le traitement du modèle nécessite la détermination :

- du coefficient de transfert de matière convectif :  $k_y$ ,
- du coefficient de transfert de chaleur convectif :  $h$ ,
- et du coefficient de diffusion apparent de la vapeur d'eau dans les pores :  $D_{app}$ .

Le coefficient de transfert de matière est déterminé à partir de l'étude réalisée sur les billes de verre (voir Chapitre 5). Cette étude a montré que la température du lit influence peu le coefficient de transfert, contrairement à la vitesse de l'air. La corrélation suivante a donc été établie :

$$Sh = 0,149 \cdot Re^{0,786}, \quad (6.10)$$

avec  $Sh$ , le nombre de Sherwood, et  $Re$ , le nombre de Reynolds.

Le coefficient de transfert de chaleur est déterminé à partir de l'analogie de Chilton et Colburn :

$$\frac{h}{k_y} = C_{ph,g} \cdot Le^{2/3}, \quad (6.11)$$

avec  $Le$  le nombre de Lewis, égal à 1 pour le mélange air - vapeur d'eau.

Le coefficient apparent de diffusion de la vapeur d'eau dans les pores est déterminé à partir du coefficient de diffusion effectif  $D_{eff}$ , et corrigé par la relation proposé par Akanni et al. (1987) :

$$D_{app} = D_{eff} \cdot \frac{\chi}{\tau}, \quad (6.12)$$

avec  $\chi$  la porosité des particules, et  $\tau$  la tortuosité de leurs pores.

Comme la paricule de PVC comprend des mésopores, il faut à la fois prendre en compte la diffusion moléculaire et la diffusion de Knudsen. Le coefficient de diffusion effectif est donc calculé à partir de la relation suivante :

$$D_{eff} = \left( \frac{1}{D_M} + \frac{1}{D_K} \right)^{-1}, \quad (6.13)$$

avec,  $D_M$  le coefficient de diffusion moléculaire de la vapeur d'eau dans l'air,  $D_K$  et le coefficient de diffusion de Knudsen. Les corrélations permettant de déterminer ces coefficients sont présentées dans le Chapitre 3 Section 3.3 page 85.

Le traitement numérique de ces équations est effectué par la méthode de Runge-Kutta à pas variable. Il permet d'obtenir les résultats dits de "cinétique intrinsèque".

En effet, comme précisé dans le chapitre 4, le temps de réponse de la sonde hygrométrique est du même ordre de grandeur que la durée des expériences, et par conséquent, altère les résultats expérimentaux. On distingue donc :

- la cinétique intrinsèque, c'est à dire l'évolution réelle des humidités du PVC et de l'air dans le lit,
- la cinétique corrigée, c'est à dire l'évolution des humidités du PVC et de l'air modifiées par le temps de réponse de la sonde.

Cette dernière a été obtenue en intégrant au modèle les équations caractérisant la fonction de transfert associée à la sonde, et ce dans le but de comparer les résultats théoriques avec les résultats expérimentaux.

### 6.2.1 Exemples de résultats :

La Figure 6.4 présente un exemple de résultats du modèle (cinétique intrinsèque), réalisé avec le grade de PVC A. Les paramètres de simulation, résumés dans le tableau 6.1, correspondent aux paramètres morphologiques du PVC A et aux paramètres opératoires de l'expérience C-16 présentée dans le chapitre 5. D'après les valeurs de porosités et d'humidités initiales, le PVC A ne contient que de l'humidité interne.

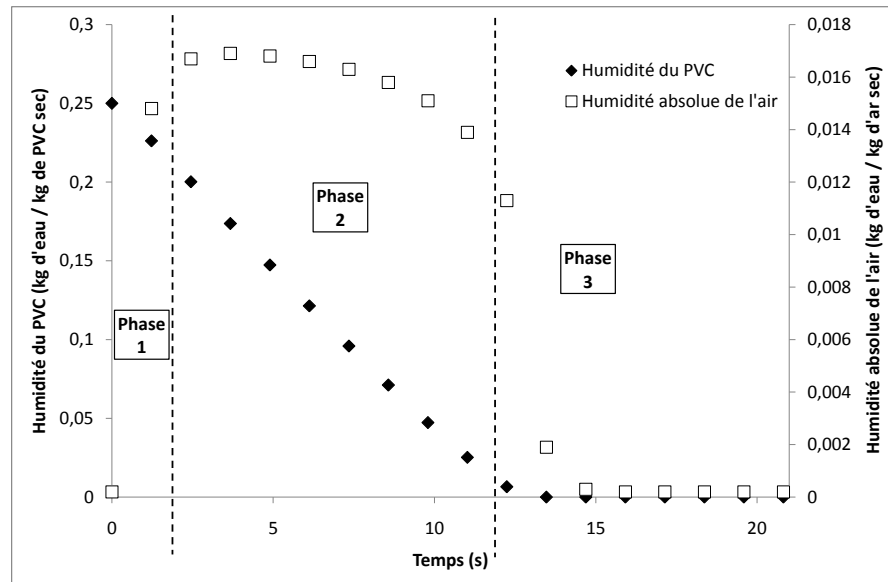
Tableau 6.1 – Paramètres de simulations de l'exemple de résultats du modèle du lit à immersion.

Morphologie de la particule			Paramètres opératoires		
$d_p$	142,0	$\mu\text{m}$	$m_{ech}^{sec}$	2,32	g
$X_0$	0,25	$\text{kg}_{\text{eau}}/\text{kgPVC}_{\text{sec}}$	$T_p^0$	15	$^{\circ}\text{C}$
$\chi$	29,2	%	$T_{Lit}$	42,0	$^{\circ}\text{C}$
$\tau$	3,6461	-	$F_g$	10,8	$\text{kg/h}$
$\bar{d}_{pore}$	3103	nm	$Y_0$	0,2	$\text{g}_{\text{eau}}/\text{kgAIR}_{\text{sec}}$

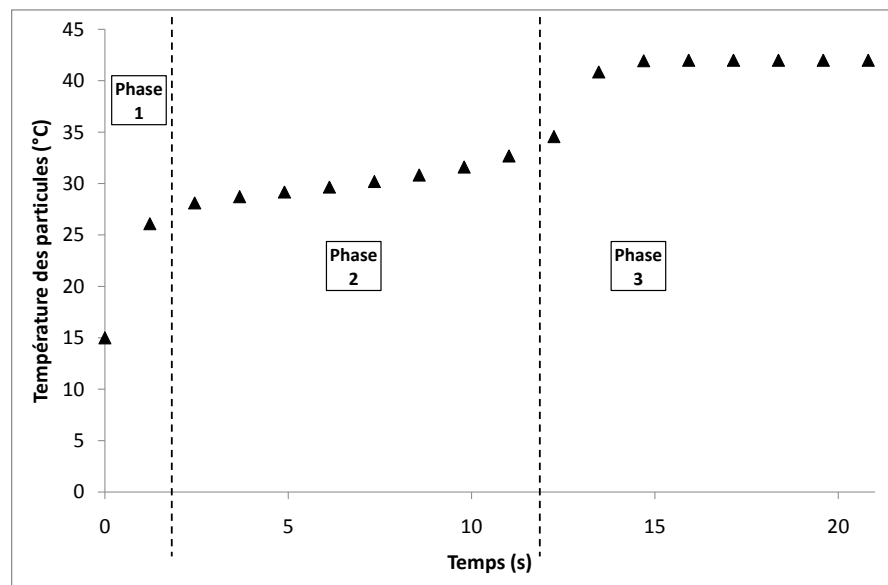
Ces résultats montrent que le temps de séchage de notre échantillon est en réalité de seulement 13,5 secondes, ce qui est 4 fois plus court que le temps observé par l'hygromètre. De plus, sur la Figure 6.4, on distingue trois zones :

- la zone 1, appelée la phase d'initiation, où la température du produit augmente rapidement, de 0 à 2 secondes,
- la zone 2, semblable à la phase de séchage à vitesse constante, de 2 à 12 secondes,
- et la zone 3, de courte durée, correspondant à la phase de séchage à vitesse décroissante, de 12 à 13,5 secondes.

Contrairement à la modélisation du séchage des billes de verre, on n'observe pas de palier de température dans la deuxième zone (Figure 6.4(b)). Ceci est dû à l'effet de la diffusion de la vapeur d'eau dans la croûte sèche sur la cinétique d'évaporation. En effet, lors du séchage, la diminution du rayon du noyau humide conduit à une augmentation de la longueur à travers laquelle la vapeur d'eau doit diffuser, ce qui ralentit la cinétique de séchage. On observe alors une légère diminution de l'humidité de l'air, et une légère augmentation de la température de la particule pendant cette phase de séchage.



(a) Evolution temporelle de l'humidité du PVC et de l'humidité absolue de l'air.



(b) Evolution temporelle de la température du PVC.

FIGURE 6.4 – Résultats de modélisation de l'expérience C-16 : cinétique intrinsèque.



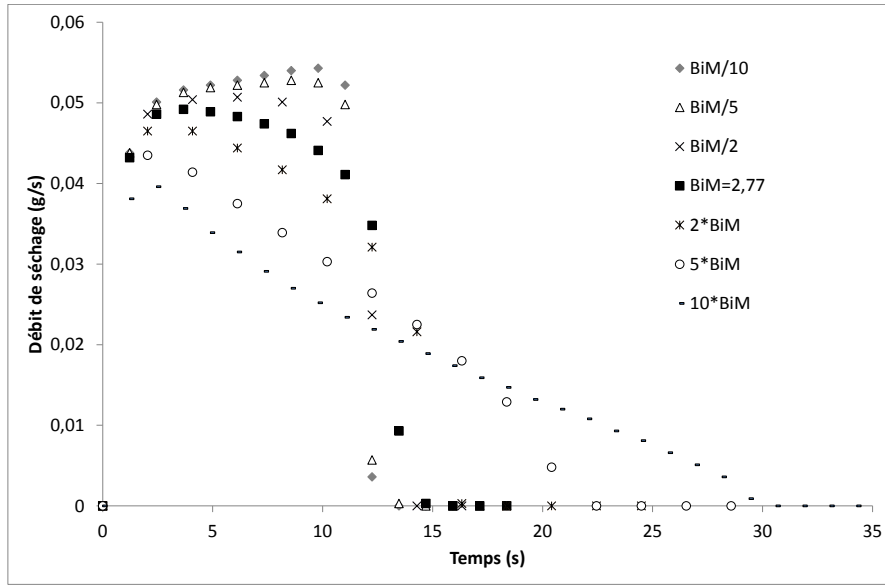


FIGURE 6.5 – Evolution du débit de séchage pour différentes valeurs du nombre de Biot matière (cinétique intrinsèque).

### Influence relative des résistances internes et externes au transfert de matière.

Afin de mieux évaluer l'influence relative des résistances internes et externes au transfert de matière, on étudie l'effet du nombre de Biot matière sur la cinétique intrinsèque de séchage. Pour rappel, l'expression de ce nombre adimensionnel est la suivante :

$$Bi_M = \frac{k_y \cdot R_p}{D_{app} \cdot \rho_g} = \frac{R_p/D_{app}}{\rho_g/k_y} = \frac{\text{Résistance interne}}{\text{Résistance externe}}. \quad (6.14)$$

On réalise cette étude à partir de la simulation de l'expérience C-16 (présentée ci-dessus), pour laquelle le nombre de Biot matière est évalué à 2,77, ce qui signifie qu'il y a une compétition entre les deux résistances. La Figure 6.5 présente l'évolution du débit de séchage pour différentes valeurs du nombre de Biot matière. Ces résultats montrent que, pour des nombres de Biot élevés, le séchage est plus lent, ce qui est dû à la grande résistance interne. Dans le cas où le nombre de Biot est faible, le phénomène de diffusion est très rapide devant l'échange externe, on se trouve donc dans un cas comparable au séchage évaporatif.

Dans notre cas, les résistances internes et externes sont comparables. Ceci peut s'expliquer grâce aux paramètres morphologiques des particules de PVC. En effet la faible taille des particules implique une faible longueur de diffusion, et la grande taille des pores de la particule limite l'effet de la diffusion de Knudsen. Tout ceci engendre une faible résistance à la diffusion.

### Comparaison avec les résultats expérimentaux.

Sur la Figure 6.6 sont confrontés les résultats de la cinétique de séchage corrigée par la fonction de transfert de la sonde avec ceux obtenus expérimentalement (C-16). On remarque une bonne concordance entre les prédictions du modèle et les résultats expérimentaux dans la première partie de la courbe (jusqu'à 20 secondes), alors qu'on observe un décalage à la fin de l'opération.

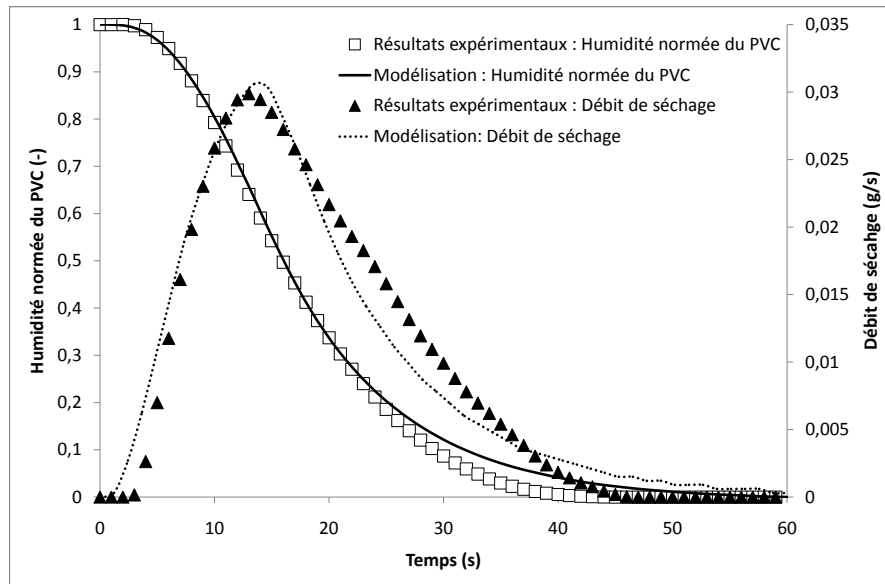


FIGURE 6.6 – Comparaison des résultats expérimentaux et des prédictions du modèle (cinétique corrigée) pour l'expérience C-16 : évolution de l'humidité normée du PVC et du débit de séchage.

Le décalage observé peut avoir plusieurs origines :

- Le modèle considère les particules de PVC comme monodisperses, alors qu'en réalité la taille des particules suit une distribution gaussienne. L'influence du diamètre des particules sur les résultats de simulation sera discutée dans la section suivante.
- Les erreurs de mesures liées aux propriétés texturales des particules de PVC (porosité, tortuosité, diamètre moyen des pores) peuvent entraîner une mauvaise estimation du coefficient de diffusion apparent. Or, ce coefficient impacte principalement les résultats de simulation en fin d'opération. En effet, au début du séchage, la faible épaisseur de la croûte sèche en surface nous permet de supposer que le transfert se fait essentiellement par convection. Alors qu'en fin de séchage, la longueur de diffusion étant plus importante, le phénomène de diffusion ne peut plus être considéré comme négligeable. L'influence des propriétés texturales des particules sur les résultats de simulation sera discutée dans la section suivante.
- La précision de l'hygromètre utilisé pour les mesures expérimentales est de l'ordre de 0,1 g d'eau / kg d'air sec : cette imprécision peut entraîner des erreurs de 10 à 20% en fin d'expérience.
- Pour des raisons pratiques, la fonction de transfert de la sonde a été évaluée uniquement

lors d'un échelon croissant d'humidité. Cependant, le temps de retard en cas d'échelon négatif est légèrement différent.

Dans le but d'étudier l'influence de la précision de la sonde, La Figure 6.7 présente les prédictions du modèle avec les résultats expérimentaux bruts et corrigés de plus ou moins 0,1 g d'eau / kg d'air sec.

Cette Figure montre que la précision de la sonde a un impact sur les résultats expérimentaux, notamment en fin d'expérience. De plus, l'imprécision de la mesure de l'humidité par la sonde en fin de séchage ( $Y < 0,005$  kg d'eau / kg d'air sec) rend difficile d'évaluer avec précision l'humidité du solide, le débit de séchage, ainsi que les temps caractéristiques. En effet, les expériences sont considérées comme terminées lorsque la valeur indiquée par la sonde hygrométrique atteint la valeur initiale : généralement 0,2 g d'eau / kg d'air sec. Cette valeur étant proche de la précision de la sonde, on remarque que l'erreur comise sur la détermination du temps de fin d'expérience peut facilement atteindre plusieurs secondes, et donc modifier l'allure des profils d'humidité en fin d'expérience.

### 6.2.2 Etude paramétrique du modèle.

#### Influence de la distribution de tailles de particules.

Les simulations ont été effectuées en considérant les particules de PVC comme mono-disperses, alors qu'en réalité, elles présentent une distribution de taille de forme d'une Gaussienne (voir Chapitre 2 Section 2.1 page 50). Sur la Figure 6.8 sont confrontés les résultats des simulations réalisées avec différentes tailles de particules,  $d_{10}$ ,  $d_{[3,2]}$ , et  $d_{90}$ , aux résultats expérimentaux.

Elle montre qu'une augmentation de la taille des particules conduit à une diminution de la vitesse de séchage. En effet, plus les particules sont grosses, plus la longueur de diffusion de la vapeur d'eau sera grande, ce qui conduit à des temps de séchage plus long. Cependant, l'influence de ce paramètre sur les résultats de modélisation reste modérée et n'explique pas les écarts observés en fin de séchage.

#### Influence des propriétés texturales des particules de PVC.

Comme expliqué précédemment, la diffusion de la vapeur d'eau dans l'air contenu dans les pores influence la cinétique de séchage principalement en fin d'opération (lorsque la longueur de diffusion dans les pores est suffisamment importante). Pour rappel, le coefficient de diffusion apparent est calculé par les relations suivantes :

$$D_{app} = D_{eff} \cdot \frac{\chi}{\tau}, \quad (6.15)$$

$$D_{eff} = \left( \frac{1}{D_M} + \frac{1}{D_K} \right)^{-1}, \quad (6.16)$$

La diffusion de Knudsen influence le transfert de l'humidité à l'intérieur de la particule essentiellement dans les pores de faibles tailles. Or, comme indiqué dans le Chapitre 2, les particules de PVC contiennent deux familles de pores :

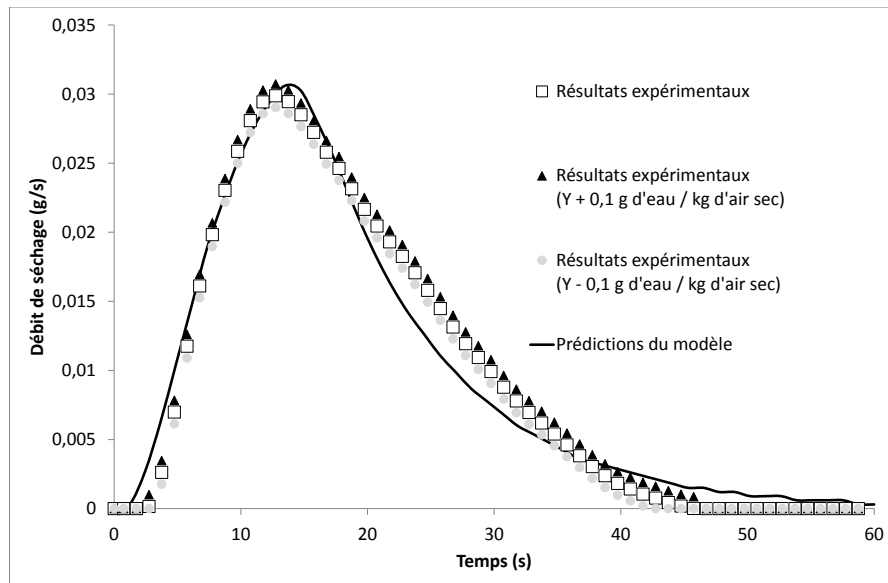


FIGURE 6.7 – Influence de l'erreur de mesure de la sonde hygrométrique.

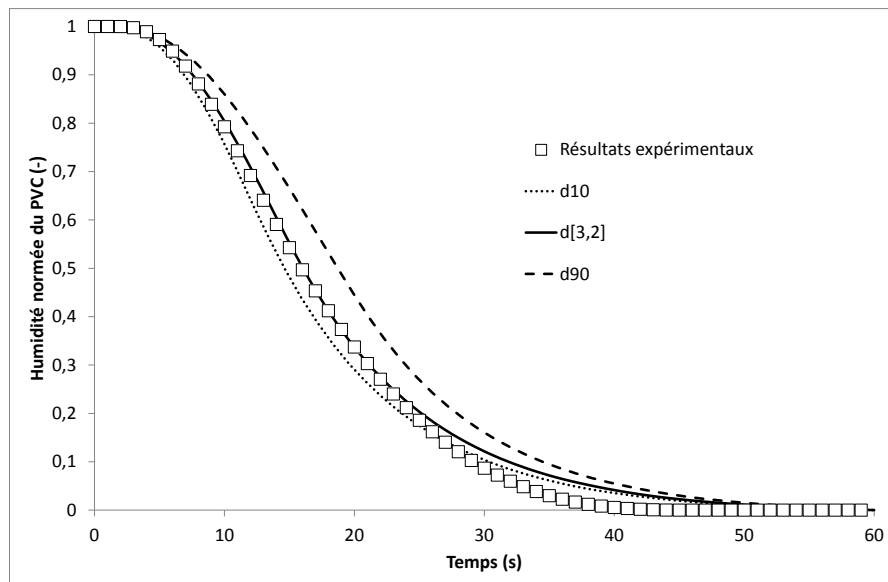


FIGURE 6.8 – Influence du diamètre des particules sur l'évolution de l'humidité normée du PVC.

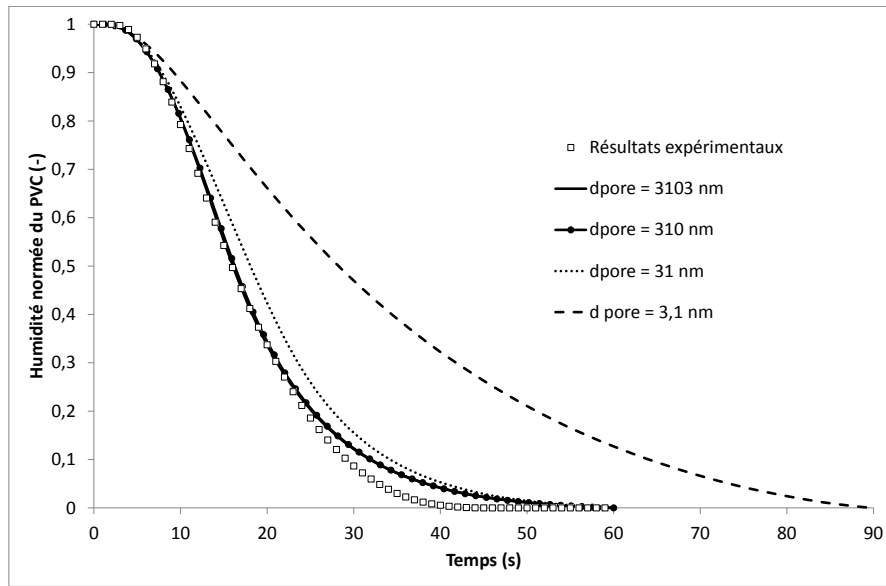


FIGURE 6.9 – Influence du diamètre des pores sur l'évolution de l'humidité normée du PVC.

- les pores externes aux agglomérats, de tailles supérieures à 250 nm,
- et les pores internes aux agglomérats, de tailles comprises entre 50 et 250 nm.

Ainsi, pour évaluer l'influence de ce mécanisme de transfert, différentes simulations ont été réalisées en considérant des tailles de pores différentes : environ 3000, 300, 30 et 3 nm. Précisons que 3000 nm représente le diamètre moyen pondéré de l'ensemble des pores des particules de PVC. L'observation de la Figure 6.9 montre une influence non significative de la diffusion de Knudsen pour des pores de tailles supérieures à 300 nm, une faible influence pour des tailles des pores allant de 300 à 30 nm, et une forte influence pour des tailles de pores allant de 30 à 3 nm.

Les résultats de porosimétrie ont montré que les particules de PVC sont essentiellement macroporeuses ( $d_{pore} > 50$  nm), ainsi l'effet de la diffusion de Knudsen est négligeable devant la diffusion moléculaire.

### Influence de l'humidité initiale du cake.

La préparation des échantillons expérimentaux peuvent conduire à des variations de l'humidité du cake. En effet, le cake étant très cohésif, prélever un échantillon de masse souhaitée peut être long, et comme le PVC a une faible affinité vis à vis de l'eau (voir Chapitre 2), l'échantillon peut sensiblement sécher durant sa préparation. Ceci peut expliquer les variations d'humidités initiales des échantillons utilisés pour l'étude expérimentale présentée dans le Chapitre 5 (Tableau 5.4).

Afin d'évaluer l'influence de ce paramètre sur les résultats du modèle, différentes simulations, présentées sur la Figure 6.10, ont été réalisées dans les conditions opératoires de

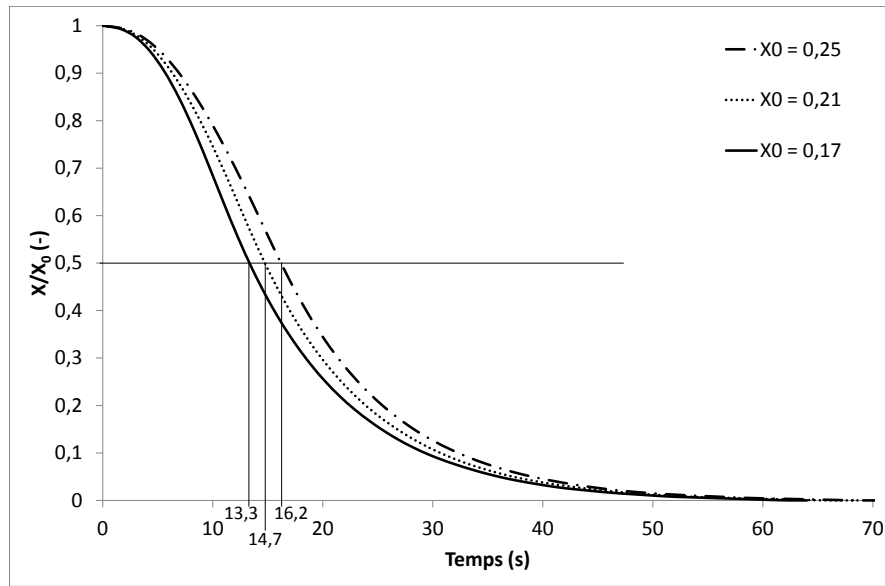


FIGURE 6.10 – Influence de l'humidité initiale du cake sur l'évolution de l'humidité normée du PVC.

l'expérience C-16 en faisant varier l'humidité initiale du cake,  $X_0$ , de 0,17 à 0,25 kg d'eau / kg de PVC sec. Ces résultats montrent que l'humidité initiale a une influence non négligeable sur l'évaluation des temps caractéristiques. En effet, une telle augmentation de l'humidité initiale conduit à une augmentation du temps caractéristique  $t_{50}$  de 13,3 à 16,2 secondes.

En conclusion, ces résultats permettent d'expliquer les différences observées entre les temps caractéristiques d'expériences réalisées dans des conditions opératoires proches.

A partir de cette étude de sensibilité paramétrique, on peut conclure que les propriétés granulométriques et texturales du PVC ont une légère influence sur les résultats de modélisation. Ainsi les écarts observés entre les résultats expérimentaux et les prédictions du modèle en fin de séchage proviennent du manque de précision de la sonde (pour des valeurs d'humidité absolue de l'air inférieures à 1 g d'eau / kg d'air sec) d'une part et de la fonction de transfert de la sonde d'autre part. Toutefois, ce modèle ne comporte aucun paramètres ajustables, on peut donc considérer que cet écart est acceptable.

### 6.2.3 Comparaison des résultats théoriques et expérimentaux : influence des paramètres opératoires.

Les Figures 6.11, 6.12, et 6.13 présentent la comparaison des temps caractéristiques déterminés expérimentalement avec ceux prédis par le modèle en fonction, respectivement, de la température du lit, du débit de fluidisation, et de l'humidité initiale de l'air.

Ces résultats montrent que le modèle prédit correctement l'effet :

- de la température du lit,

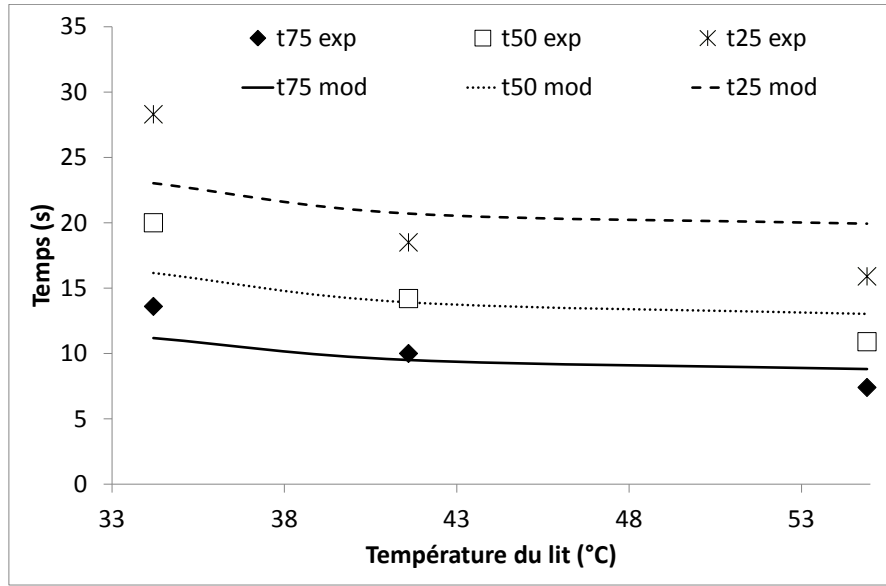


FIGURE 6.11 – Comparaison des temps caractéristiques déterminés expérimentalement et prédits par le modèle pour différentes températures du lit ( $F_g^0 = 10,8$  kg/h ;  $Y_0 = 0,2$  g d'eau / kg d'air sec).

- du débit de fluidisation pour des valeurs supérieures à 10 kg/h ( $U/U_{mf} > 3,7$ ),
- de l'humidité initiale de l'air entre 0 et 16 g d'eau / kg d'air sec.

Pour de faibles débits d'air sec et de fortes valeurs d'humidité de l'air en entrée, le modèle sous-estime les temps caractéristiques, et en particulier  $t_{25}$  (le temps nécessaire pour que l'humidité du solide atteigne 25% de sa valeur initiale).

En effet, ces deux paramètres ont une grande influence sur la dispersion de l'échantillon de cake dans le lit de billes de verre :

- plus le débit de fluidisation est faible, moins le mélange des particules est efficace, et donc plus la dispersion du cake est difficile,
- plus l'humidité de l'air en entrée est élevée, plus le séchage sera lent, et donc plus la rupture des ponts liquides présents entre les particules sera lente.

Or, ce modèle considère que la dispersion de l'échantillon est instantanée. Les écarts entre le modèle et l'expérience seront donc d'autant plus grands que la dispersion du cake sera lente.

Les résultats du modèle du lit fluidisé à immersion, présentés dans cette section, montrent que le modèle de cinétique de séchage que nous avons développé permet de prédire correctement le comportement de notre système expérimental, bien que ses performances soient moins bonnes lorsque les conditions opératoires ne sont pas optimisées. A partir de ces constatations, nous avons décidé d'intégrer ce modèle de cinétique de séchage à la fois dans le code de simulation 3D présenté dans la suite de ce chapitre, et dans le modèle 1D simulant le séchoir pneumatique industriel (voir Chapitre 8 page 211)

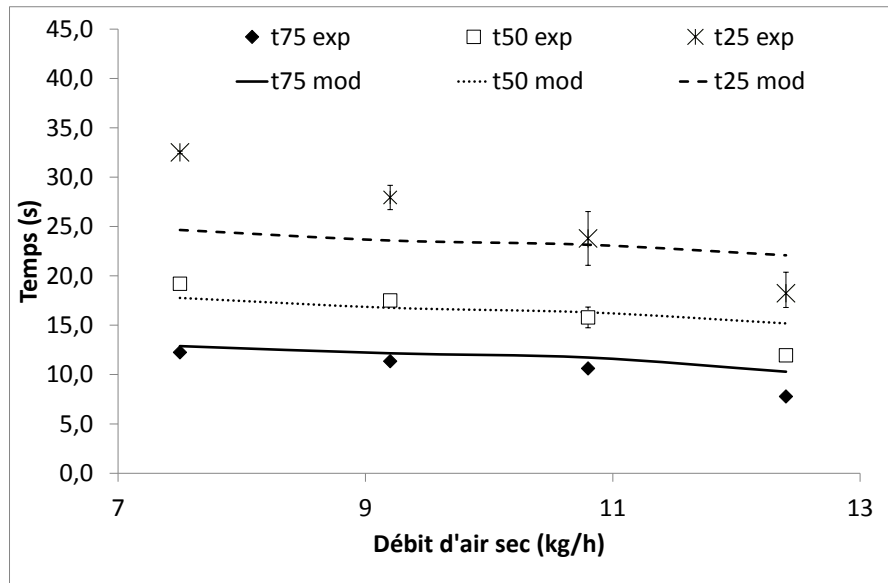


FIGURE 6.12 – Comparaison des temps caractéristiques déterminés expérimentalement et prédits par le modèle pour différents débits d'air sec ( $T_{Lit} = 42,5^{\circ}\text{C}$ ;  $Y_0 = 0,2$  g d'eau / kg d'air sec).

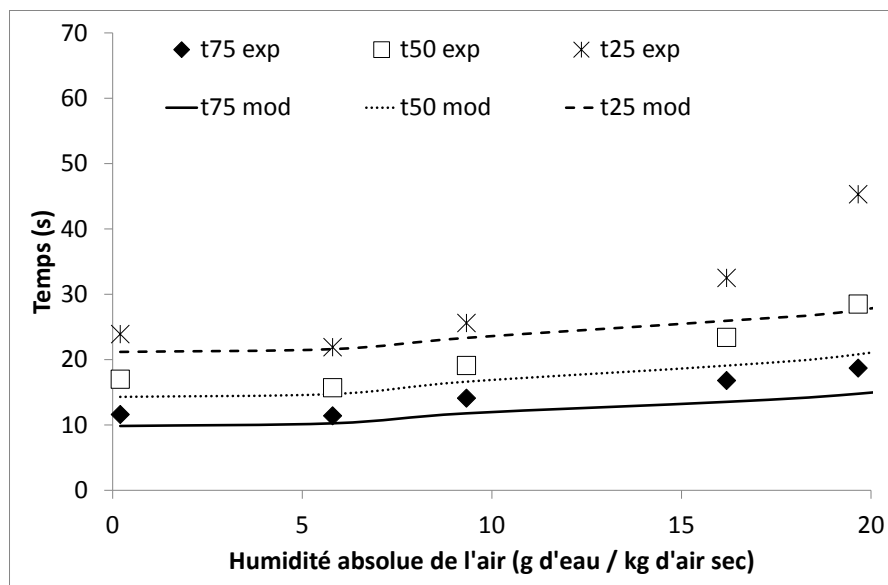


FIGURE 6.13 – Comparaison des temps caractéristiques déterminés expérimentalement et prédits par le modèle pour différentes humidités initiales de l'air ( $F_g^0 = 9,8$  kg/h;  $T_{Lit} = 36,6^{\circ}\text{C}$ ).



### 6.3 Simulation numérique 3D du lit fluidisé à immersion avec le code NEPTUNE\_CFD.

Le modèle 0D simulant le lit fluidisé à immersion permet de prédire convenablement le comportement de notre système expérimental. Cependant, ce modèle ne prend ni en compte l'hydrodynamique du lit fluidisé à immersion, ni la géométrie du pilote. C'est pourquoi, une simulation 3D du système expérimental a été réalisée à l'aide d'un code CFD multiphasique, non structuré, parallèle, à approche eulérienne n-fluide en volumes finis (NEPTUNE\_CFD). Ce code est développé dans le cadre du projet NEPTUNE, financé par le consortium Commissariat à l'Energie Atomique (CEA), Electricité de France (EDF), Institut de Radioprotection et de Sécurité Nucléaire (IRSN) et AREVA. La modélisation des écoulements gaz-particules polydispersés et turbulents, avec prise en compte des transferts thermiques et matières couplés, est développée par l'Institut de Mécanique des Fluides de Toulouse (IMFT).

Dans cette approche, il s'agit de résoudre les équations de transport moyennées (masse, quantité de mouvement, chaleur, et conservation des scalaires) pour chaque phase. De plus, ces équations sont couplées à travers des termes de transferts à l'interface.

#### 6.3.1 Equations de transport.

Les équations de transports sont écrites pour chaque phase "k" (Parmentier et al., 2012) (Konan et al., 2009), qui peut être la phase gaz ( $k = g$ ) ou une des deux phases solides (PVC :  $k = p, PVC$  ; ou billes de verre  $k = p, BV$ ). En plus des équations de transport, ce code s'assure que les fractions volumiques des phases respectent bien l'équation suivante :

$$\alpha_g + \alpha_{p,PVC} + \alpha_{p,BV} = 1. \quad (6.17)$$

◇ Equations du bilan massique :

$$\frac{\partial}{\partial t} (\alpha_k \cdot \rho_k) + \frac{\partial}{\partial x_i} (\alpha_k \cdot \rho_k \cdot U_{k,i}) = \Gamma_k, \quad (6.18)$$

avec,  $\Gamma_k$  le terme source de matière de la phase k.

Les billes de verre étant inertes, le terme source de cette phase est nul ( $\Gamma_{p,BV} = 0$ ), tandis que pour la phase gaz et le PVC, ils vérifient la relation suivante :

$$\Gamma_{p,PVC} + \Gamma_g = 0. \quad (6.19)$$

Ces termes sources sont définis à partir de la loi cinétique développée pour les modèles présentés dans les premières Sections de ce Chapitre. On obtient donc :

$$\Gamma_g = \alpha_{p,PVC} \cdot s_{p,PVC} \cdot K_y \cdot (Y^* - Y), \quad (6.20)$$

avec  $s_{p,PVC}$ , la surface spécifique des particules de PVC.

### 6.3. SIMULATION NUMÉRIQUE 3D DU LIT FLUIDISÉ À IMMERSION AVEC LE CODE NEPTUNE\_CFD.

◇ Equations du bilan de quantité de mouvement :

$$\alpha_k \cdot \rho_k \cdot \left( \frac{\partial U_{k,i}}{\partial t} + U_{k,j} \cdot \frac{\partial U_{k,i}}{\partial x_j} \right) = -\alpha_k \cdot \frac{\partial P_g}{\partial x_i} + \alpha_k \cdot \rho_k \cdot g_i + I_{k,i} \quad (6.21)$$

$$+ [U_{\sigma,i} - U_{k,i}] \cdot \Gamma_k - \frac{\partial}{\partial x_j} \Sigma_{k,ij}.$$

Les deux premiers termes du membre de droite de l'équation représentent respectivement l'influence de la pression et de la gravité sur la phase "k".  $U_{\sigma,i}$  représente la i-ème composante de la vitesse de la matière traversant l'interface entre les phases, c'est à dire, dans notre cas, la vitesse de la vapeur d'eau évacuant la particule. Nous considérons donc qu'il s'agit de la vitesse des particules.  $\Sigma_{k,ij}$  représente le tenseur effectif des contraintes, il possède deux contributions :

$$\Sigma_{k,ij} = \alpha_k \cdot \rho_k \cdot \langle u'_{k,i} \cdot u'_{k,j} \rangle + \Theta_{k,ij}, \quad (6.22)$$

avec  $\langle u'_{k,i} \cdot u'_{k,j} \rangle$  les contraintes cinétiques, et  $\Theta_{k,ij}$  le tenseur des contraintes visqueuses pour le gaz et les contraintes collisionnelles pour les phases particulières (Boelle et al., 1995).

$I_{k,i}$  représente le terme de transfert de quantité de mouvement entre phases, qui, dans notre cas, est le couplage au travers la force de traînée :

$$I_{p,i} = -I_{g,i} = -\frac{\alpha_p \cdot \rho_p}{\tau_{gp}^F} \cdot V_{r,i}, \quad (6.23)$$

avec  $V_{r,i}$  la vitesse relative moyenne entre les phases, et  $\tau_{gp}^F$ , le temps de relaxation de la particule donné par l'équation suivante :

$$\frac{1}{\tau_{gp}^F} = \frac{3}{4} \cdot \frac{\rho_g \cdot C_D(\langle Re_p \rangle_p)}{\rho_p \cdot d_p} \cdot \langle |\vec{v}_r| \rangle_p, \quad (6.24)$$

avec  $\langle |\vec{v}_r| \rangle_p$  la vitesse instantanée relative entre les phases.

Le coefficient de traînée est exprimé par la corrélation de Wen et Yu limité par celle d'Ergun (Gobin et al., 2003) :

avec,

$$C_D(\langle Re_p \rangle_p) = \begin{cases} C_{D,Wen\&Yu} & \text{si } \alpha_g \geq 0,7, \\ \min(C_{D,Wen\&Yu}, C_{D,Ergun}) & \text{sinon,} \end{cases} \quad (6.25)$$

et,

$$C_{D,Wen\&Yu} = \begin{cases} \frac{24}{Re_p} \left[ 1 + 0,15 \cdot Re_p^{0,687} \right] \cdot \alpha_g^{-1,7} & \text{si } Re_p < 1000, \\ 0,44 \cdot \alpha_g^{-1,7} & \text{si } Re_p \geq 1000, \end{cases} \quad (6.26)$$

$$C_{D,Ergun} = 200 \cdot \frac{\alpha_p}{Re_p} + \frac{7}{3}. \quad (6.27)$$

Les interactions entre les différentes phases particules dans les zones denses sont complétées avec le modèle frictionnel de Srivastava and Sundaresan (2003). La prise en compte des interactions entre les particules des différentes espèces (PVC et billes de verre) se fait au travers d'un modèle polydisperse déjà employé pour la simulation de lits fluidisés circulant (Batrak et al., 2005).

La modélisation de la turbulence des fluides est fermée à l'aide d'un modèle  $k - \varepsilon$  à deux équations, étendu aux flux chargés de particules (en tenant compte des termes sources additionnels dus aux interactions entre les phases) (Vermorel et al., 2003). Pour les phases particulières, le système d'équations de transport couplés est résolu sur l'énergie d'agitation particulaire et la covariance fluide-particule ( $q_p^2 - q_{fp}$ ).

◇ Equations du bilan enthalpique :

$$\alpha_k \cdot \rho_k \cdot \frac{\partial H_k}{\partial t} + \alpha_k \cdot \rho_k \cdot U_{k,j} \cdot \frac{\partial H_k}{\partial x_j} = \frac{\partial}{\partial x_j} \left( \alpha_k \cdot \rho_k \cdot K_k \cdot \frac{\partial H_k}{\partial x_j} \right) + [H_\sigma - H_k] \cdot \Gamma_k \quad (6.28)$$

$$+ \sum_{m \neq k} \Pi_{k \rightarrow m}.$$

Le premier terme du membre de droite de cette équation est un terme de transport sous l'effet d'un gradient, avec  $K_k$  le coefficient de diffusivité.

$H_\sigma$  représente l'enthalpie de la matière échangée entre les phases, c'est à dire l'enthalpie de la vapeur d'eau :

$$H_\sigma = \Delta H_{vap}^0 + \int_{T_{ref}}^{T_g} C_{p_{eau}}^V \cdot dT. \quad (6.29)$$

L'échange de chaleur entre les phases est représenté par les termes sources  $\Pi_{k \rightarrow m}$ . On ne considère pas d'échange de chaleur entre les deux phases particulières, les termes sources s'expriment donc de la manière suivante :

$$\Pi_{g \rightarrow p, PVC} = -\Pi_{p, PVC \rightarrow g} = \alpha_{p, PVC} \cdot s_{p, PVC} \cdot h \cdot (T_g - T_{p, PVC}), \quad (6.30)$$

et,

$$\Pi_{g \rightarrow p, BV} = -\Pi_{p, BV \rightarrow g} = \alpha_{p, BV} \cdot s_{p, BV} \cdot h \cdot (T_g - T_{p, BV}), \quad (6.31)$$

avec  $h$  le coefficient de transfert de chaleur.

◇ Equations de conservation des scalaires

En plus de l'enthalpie des différentes phases, on définit deux scalaires :

- X, porté par la phase PVC, représentant l'humidité du PVC,
- et, Y, porté par la phase gazeuse, représentant l'humidité absolue de l'air.

### 6.3. SIMULATION NUMÉRIQUE 3D DU LIT FLUIDISÉ À IMMERSION AVEC LE CODE NEPTUNE\_CFD.

L'évolution de ces scalaires est représentée par les équations de transport suivantes :

$$\frac{\partial}{\partial t} (\alpha_p \cdot \rho_p \cdot X) + \frac{\partial}{\partial x_i} (\alpha_p \cdot \rho_p \cdot U_{p,i} \cdot X) = \frac{\partial}{\partial x_i} \left( \alpha_p \cdot \rho_p \cdot D_p \cdot \frac{\partial X}{\partial x_i} \right) + \Gamma_p, \quad (6.32)$$

et,

$$\frac{\partial}{\partial t} (\alpha_g \cdot \rho_g \cdot Y) + \frac{\partial}{\partial x_i} (\alpha_g \cdot \rho_g \cdot U_{g,i} \cdot Y) = \frac{\partial}{\partial x_i} \left( \alpha_g \cdot \rho_g \cdot D_g \cdot \frac{\partial Y}{\partial x_i} \right) + \Gamma_g, \quad (6.33)$$

Dans chacune des équations, le premier terme du membre de droite représente la diffusion du scalaire à travers sa phase porteuse. Dans le cas de la phase PVC, on considère que l'humidité ne diffuse pas à travers les particules. Au contraire, la vapeur d'eau peut diffuser à travers la phase gazeuse, le coefficient  $D_g$  sera donc le coefficient de diffusion moléculaire de la vapeur d'eau dans l'air  $D_M$ , défini dans le Chapitre 3 Section 3.3 page 85.

#### ◇ Calcul des coefficients de transferts convectifs.

L'étude expérimentale permettant de déterminer le coefficient de transfert de matière associé au lit fluidisé à immersion (présenté dans le Chapitre 5 Section 5.1.2 page 117) n'est pas adaptée aux simulations 3D effectuées par le code NEPTUNE\_CFD.

En effet, ce code réalise les calculs à l'échelle locale alors que les mesures expérimentales permettent d'estimer le coefficient de transfert de matière d'un point de vue macroscopique, c'est à dire en considérant ce coefficient constant durant toute l'opération de séchage, et en considérant la vitesse relative entre le gaz et les particules de cake égale à la vitesse superficielle du gaz.

De ce fait nous avons utilisé la corrélation de Baeyens et al. (1995) associée à l'analogie de Chilton and Colburn (1934) :

$$Nu = 0,15 \cdot Re_p, \quad (6.34)$$

$$\frac{h}{k_y} = Cp_{g,h} \cdot Le^{2/3}. \quad (6.35)$$

Bien que cette corrélation fut établie dans le cas du séchage de PVC en poudre dans un séchoir pneumatique, elle est mieux adaptée à ce cas de calcul. En effet, dans ce type de séchoir, le taux de présence des particules est extrêmement faible ( $\alpha_p < 0,01$ ), ainsi les prédictions de cette corrélation peuvent être considérées comme proches des coefficients de transferts à l'échelle locale entre une particule et le gaz environnant.

#### 6.3.2 Paramètres numériques du cas de calcul.

##### Maillage du lit fluidisé à immersion.

Un maillage 3D, de type O-Grid, du lit fluidisé à immersion est réalisé, comme représenté sur la Figure 6.14.

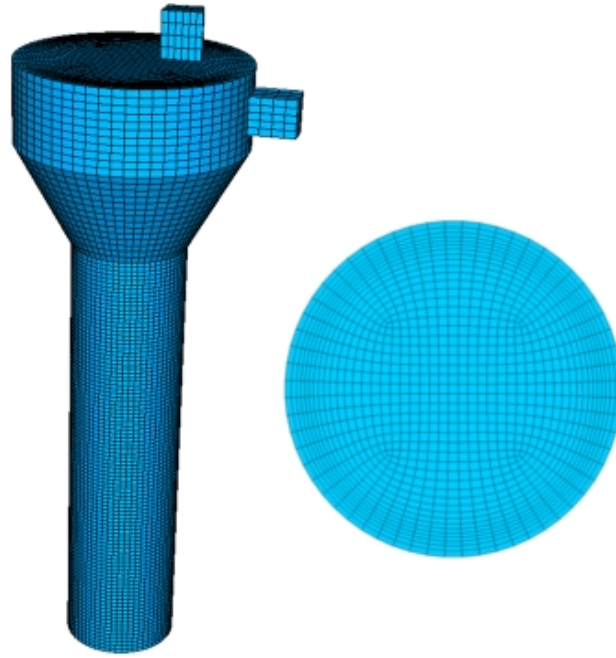


FIGURE 6.14 – Maillage 3D de type O-Grid du lit fluidisé à immersion et vue d'une section.

La hauteur de la géométrie est de 55 cm, elle est composée d'un cylindre de 10 cm de diamètre et de 40 cm de hauteur, ainsi que d'une section tronconique (zone de désengagement) de 15 cm de haut et dont le diamètre maximal est de 20 cm. Le maillage O-grid de chaque section de la colonne est composé de 45 mailles par diamètre ( $\Delta r = 0,22$  cm), et la hauteur entre deux sections est  $\Delta z = 0,4$  cm. L'entrée de PVC est représentée en extrudant une partie de la face supérieure du maillage, tandis que la sortie (de gaz et de solide) est représentée en extrudant une partie latérale de la zone tronconique. Ce maillage comprend donc 140 781 hexaèdres. Un maillage plus grossier a été testé, mais avec des cellules de tailles plus importantes ( $\Delta r = 0,666$  cm et  $\Delta z = 0,975$  cm) on constate l'envol de particules de PVC dû à une sous-résolution des structures à petites échelles.

### Propriétés des phases.

La température de référence des différentes phases est 20°C.

Les différentes propriétés de la phase gazeuse sont calculées en fonction de la température :

- La masse volumique de l'air sec est calculée à partir de la loi des gaz parfaits :

$$\rho_g^0 = \frac{P \cdot M_{air}}{R \cdot T_g}. \quad (6.36)$$

De plus, la masse volumique est corrigée pour prendre en compte l'humidité de l'air :

$$\rho_g = \rho_g^0 \cdot (1 + Y). \quad (6.37)$$

- La viscosité dynamique est calculée à partir de la relation suivante :

$$\mu_g = -2,9228 \cdot 10^{-11} \cdot T_g^2 + 6,6391 \cdot 10^{-8} \cdot T_g + 1,1308 \cdot 10^{-6}. \quad (6.38)$$

### 6.3. SIMULATION NUMÉRIQUE 3D DU LIT FLUIDISÉ À IMMERSION AVEC LE CODE NEPTUNE\_CFD.

- Le coefficient de diffusion moléculaire de la vapeur d'eau dans l'air est calculé par la relation suivante :

$$D_M = 1,1757 \cdot 10^{-9} \cdot T_g^{1,75}. \quad (6.39)$$

- la conductivité thermique de l'air est calculée à partir de la relation suivante

$$\lambda_g = 1,7864 \cdot 10^{-11} \cdot T_g^3 - 5,7712 \cdot 10^{-8} \cdot T_g^2 + 1,0803 \cdot 10^{-4} \cdot T_g - 1,2616 \cdot 10^{-3}. \quad (6.40)$$

- Finalement, les capacités calorifiques de l'air sec et de la vapeur d'eau sont calculées par les relations suivantes :

$$C_{p_{air}} = 1000 \cdot (0,9774 + T_g \cdot 10^{-4} + 0,19035 \cdot T_g^2 \cdot 10^{-7}), \quad (6.41)$$

et,

$$C_{p_{eau}}^V = 1601,42 + 0,00669 \cdot T_g + \frac{5,584 \cdot 10^6}{T_g^2}. \quad (6.42)$$

En ce qui concerne les phases particulières, on considère des distributions de tailles de particules monodisperses avec :

$$d_{p,PVC} = 142 \text{ } \mu\text{m} \quad \text{et} \quad d_{p,BV} = 323 \text{ } \mu\text{m}. \quad (6.43)$$

Les masses volumiques du PVC sec et des billes de verre sont considérées constantes :

$$\rho_{p,PVC} = 990 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3} \quad \text{et} \quad \rho_{p,BV} = 2500 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}. \quad (6.44)$$

A l'instar de la phase gazeuse, l'humidité est prise en compte dans la masse volumique du PVC :

$$\rho_{p,PVC} = \rho_{p,PVC}^0 \cdot (1 + X). \quad (6.45)$$

Les capacités calorifiques du PVC sec et des billes de verre sont considérées constantes :

$$C_{p_{p,PVC}} = 1400 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} \quad \text{et} \quad C_{p_{p,BV}} = 2500 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}, \quad (6.46)$$

alors que la capacité calorifique de l'eau liquide est calculée en fonction de la température :

$$C_{p_{eau}}^L = 4020,625 + 0,577 \cdot T_p - 8,305 \cdot 10^{-5} \cdot T_p^2. \quad (6.47)$$

#### Conditions aux limites.

La Figure 6.15, représentant un plan de coupe du maillage du lit fluidisé à immersion, indique la position des différentes entrées et sorties de la géométrie. Les autres frontières sont des parois vis à vis des trois phases.

L'entrée 1 représente le distributeur du lit fluidisé. Elle est donc vue comme une entrée pour l'air et comme une paroi pour les phases particulières. On impose un débit de gaz de  $10,8 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$  avec un taux de présence de 1, et une humidité de  $0,005 \text{ kg d'eau / kg d'air sec}$ . Les températures des différentes phases sont imposées sous forme de dirichlet à  $42^\circ\text{C}$  chacune.

L'entrée 2 représente l'alimentation en PVC humide, effectuée par ouverture d'une vanne. L'alimentation en PVC n'est pas continue, le débit de PVC est donc initialement nul, et,

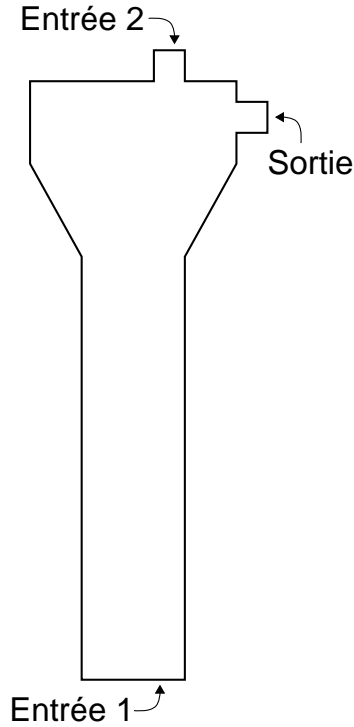


FIGURE 6.15 – Plan de coupe du maillage du lit fluidisé à immersion.

entre  $t_0 = 0,2$  et  $t_f = 0,3$  s, on impose une valeur de débit de  $0,029$  kg/s, ce qui correspond à une masse d'échantillon introduite de  $2,9$  g. En plus du PVC, pendant ce laps de temps, on introduit un faible débit d'air, calculé de sorte que les vitesses d'air et de PVC soient égales et que le taux de présence des deux phases soit  $0,5$  :

$$F_g = F_p \cdot \frac{\rho_g}{\rho_p}. \quad (6.48)$$

La température des deux phases est fixée à  $20^\circ\text{C}$ , et leurs humidités respectives à  $0,205$  kg d'eau / kg de PVC sec et  $0,005$  kg d'eau / kg d'air sec.

### Conditions initiales.

Initialement, la colonne est remplie, entre  $0$  et  $20$  cm, de billes de verre avec un taux de présence,  $\alpha_{p,BV}$ , de  $0,4$ , ce qui équivaut à une masse initiale de  $1,6$  kg.

La température des phases gazeuses et celle des billes de verre sont fixées à  $42^\circ\text{C}$ , alors que la température de la phase PVC est fixée à  $20^\circ\text{C}$ .

### 6.3.3 Présentation des résultats.

Les simulations présentées dans cette section sont effectuées en deux étapes :

- une étape de calcul transitoire qui dure entre  $22$  et  $35$  secondes suivant les conditions opératoires,
- et une étape de  $50$  secondes permettant de calculer les moyennes temporelles.

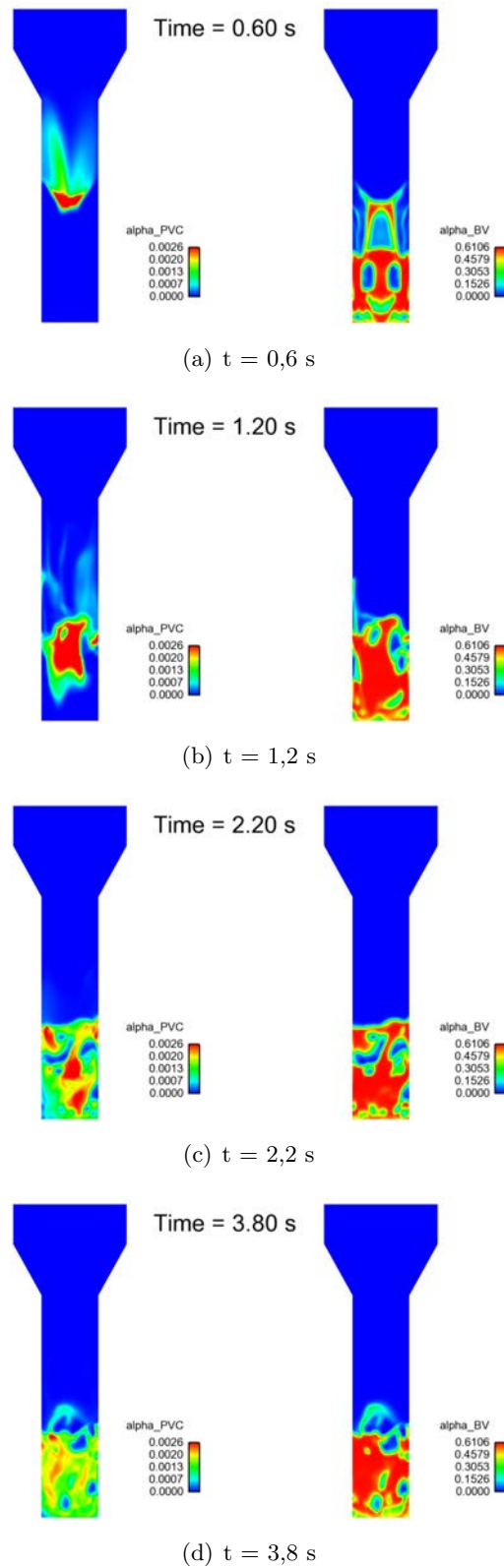


FIGURE 6.16 – Champs des taux de présence du PVC (image de gauche) et des billes de verre (image de droite) à différents instants.



Les calculs de l'étape transitoire permettent d'acquérir les évolutions temporelles de l'humidité absolue de l'air, de la température des différentes phases, ainsi que de l'indice de mélange, alors que les moyennes temporelles permettent d'établir les profils de pression en fonction de la hauteur du lit ainsi que les profils radiaux de vitesses des phases.

### Etude hydrodynamique.

L'injection de l'échantillon de cake se fait rapidement (un dixième de seconde), mais sa dispersion dans le lit peut être plus longue. Ceci est illustré sur la Figure 6.16, qui présente des plans de coupe de la géométrie colorés par les champs de taux de présence du PVC (images de gauche) et des billes de verre (images de droite) à différents instants (0,6 s ; 1,2 s ; 2,2 s ; et 3,8 s). Cette Figure met en évidence la chute de l'échantillon de PVC dans le lit, et montre qu'au bout de 2 secondes, le PVC est présent dans l'ensemble du lit, mais n'est pas encore parfaitement dispersé (des zones concentrées en PVC sont encore visibles). Vers 3,8 secondes, le PVC est bien réparti dans le lit.

Ces observations sont confirmées en étudiant l'indice de mélange global du lit,  $I_G$ , défini par la relation suivante (Mourad, 1992) :

$$I_G = 1 - \left( x_G \cdot \frac{\sum_{i=1}^n (I_i - 1)^2}{n \cdot (1 - x_G)} \right), \quad (6.49)$$

avec  $x_G$  la fraction massique du PVC dans l'ensemble du lit, et  $I_i$ , l'indice de mélange d'une couche "i" du lit, défini par :

$$I_i = \frac{x_i}{x_G} \quad (6.50)$$

avec  $x_i$ , la fraction massique du PVC dans la couche "i".

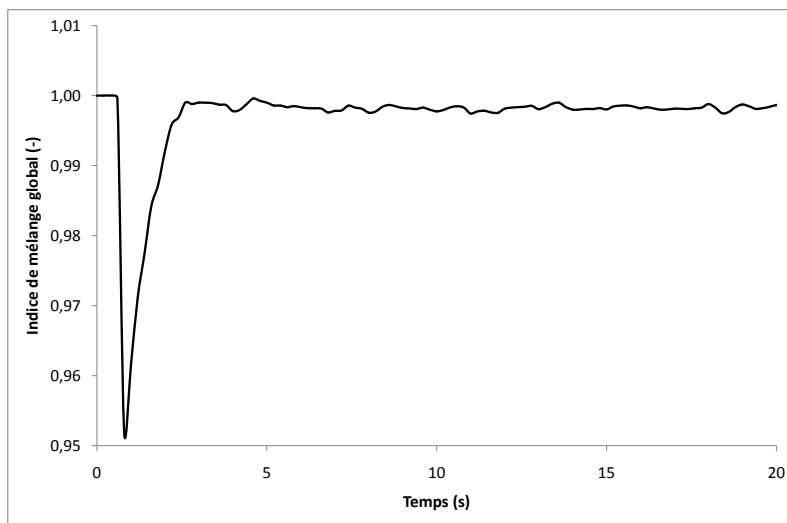


FIGURE 6.17 – Evolution de l'indice de mélange global au cours du temps

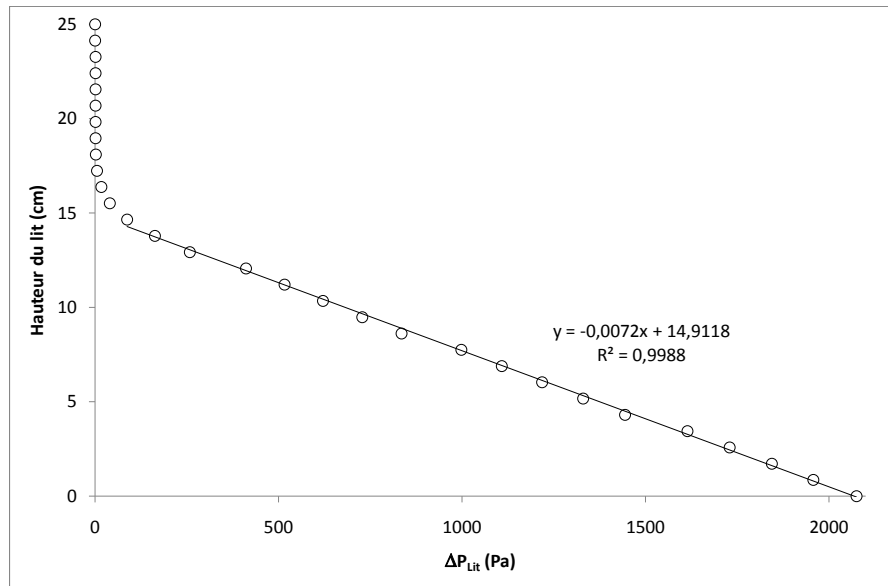


FIGURE 6.18 – Profil de pression moyenne en paroi en fonction de la hauteur du lit.

Un indice de mélange global de 1, correspond donc à un mélange parfait.

La Figure 6.17 présente l'évolution de l'indice de mélange global du lit, déterminé en divisant le lit en six couches, en fonction du temps. On observe une chute de l'indice de mélange due à l'injection de l'échantillon dans le lit, et une remontée progressive pour atteindre, vers 3 secondes, un indice de mélange oscillant autour d'une valeur moyenne de 0,997.

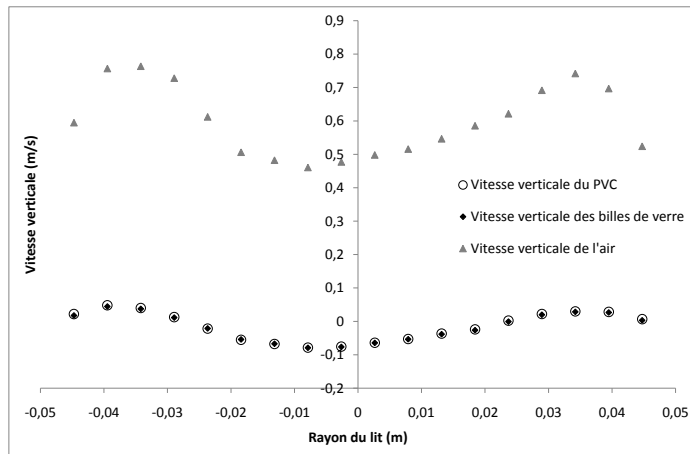
Ceci montre que l'échantillon de PVC se disperse rapidement dans le lit (3 secondes), l'hypothèse de mélangeur parfait est donc acceptable. Cependant, il est important de noter que les liaisons entre particules dues à l'humidité (liaisons pendulaires ou funiculaires) ne sont prises en compte ni dans le modèle 0D, ni dans la simulation 3D.

De plus, une simulation purement hydrodynamique (lorsqu'il n'y a plus de transfert de matière ou de chaleur) a été réalisée sur cette géométrie. Elle a permis d'établir le profil de pression moyenne du lit, et les profils radiaux de vitesses verticales moyennes des différentes phases. Lors de ce calcul, les moyennes ont été effectuées durant 50 secondes de temps physique.

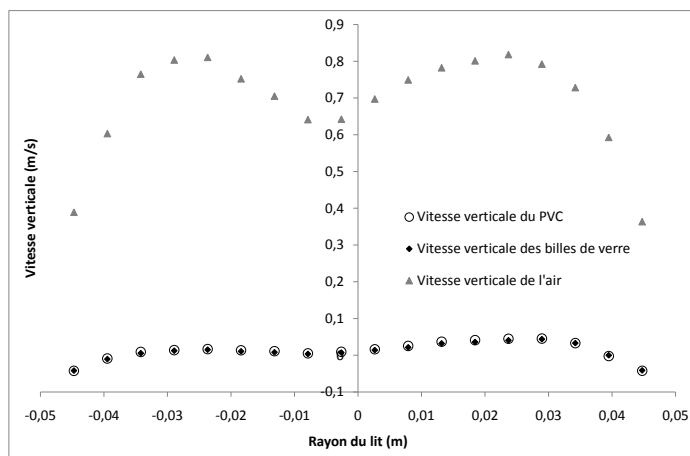
La hauteur moyenne du lit est évaluée à partir de la Figure 6.18 (profil axial de pression pariétale du lit). Sa valeur est :  $Z_{lit} = 14,9$  cm.

Les profils radiaux de vitesses verticales ont été établis à différentes hauteurs du lit : 5, 10, et 15 cm (Figure 6.19). Ces résultats, couplés à l'observation des vecteurs vitesses des billes de verre sur une coupe du lit fluidisé (Figure 6.20), montrent que la vitesse des deux phases particulières est semblable quelle que soit la hauteur du lit. L'hydrodynamique du lit est donc dirigée par les billes de verre.

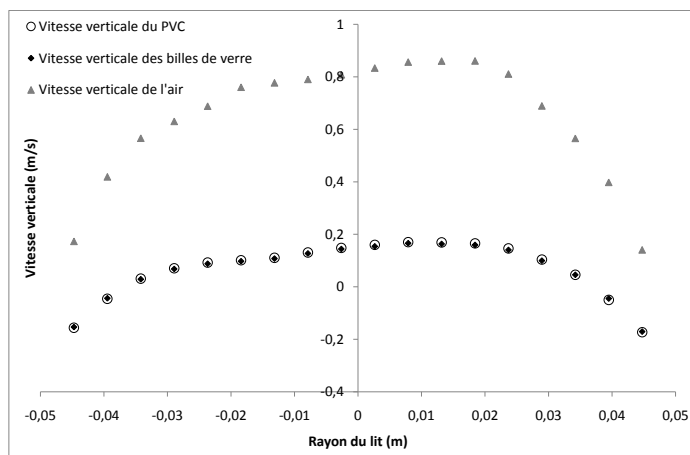
De plus la forme des profils à 5 et 10 cm montre la présence de zones de recirculation au sein du lit et la présence de bulles d'air proches des parois. A 15 cm, les profils de vitesse



(a)  $z = 5$  cm



(b)  $z = 10$  cm



(c)  $z = 15$  cm

FIGURE 6.19 – Profils radiaux des vitesses verticales moyennes des trois phases (PVC, Billes de verre et Air) à trois hauteurs du lit.

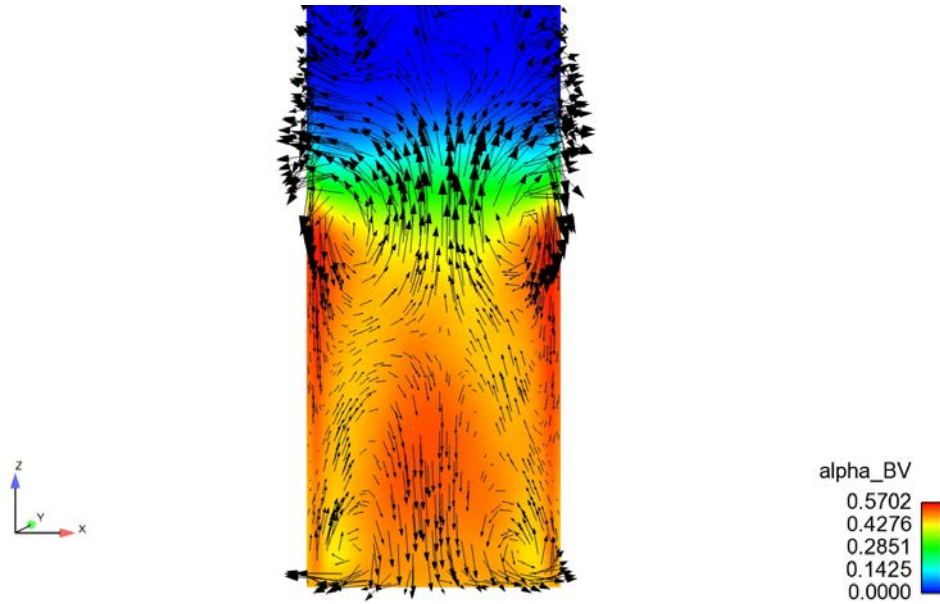


FIGURE 6.20 – Vecteurs vitesse des billes de verre projetés sur une coupe du lit fluidisé, colorée en fonction du taux de présence des billes de verre.

ont une forme parabolique. Ceux-ci montrent que la coalescence des bulles conduit à un déplacement des zones de bullage des parois vers le centre de la colonne, ce qui conduit à :

- un mouvement ascendant des particules du bord du lit vers le centre,
- et, un mouvement descendant des particules près des parois.

#### Champs de température et évolution au cours du temps.

La Figure 6.21 présente l'évolution des températures moyennes, minimales, et maximales du PVC ainsi que de la température moyenne des billes de verre au cours du temps. Cette Figure montre que la température moyenne des billes de verre chute de  $0,3^{\circ}\text{C}$  au cours de l'opération de séchage. Cette valeur est similaire à celles mesurées expérimentalement (Figure 5.1(b) page 116). L'hypothèse d'isothermicité du lit est donc valide.

Concernant l'évolution de la température du PVC, les différentes phases du séchage sont clairement identifiables sur cette Figure :

- la période de mise en température du produit (jusqu'à 2,2 secondes),
- la période de séchage à vitesse constante, où l'évolution de la température du PVC présente un pseudo-palier (de 2,2 à 8,2 secondes),
- la période de séchage à vitesse décroissante où la température du PVC augmente pour atteindre l'équilibre thermique (de 8,2 à 15 secondes).

On constate aussi, qu'à chaque instant, la température des particules de PVC n'est pas uniforme dans l'ensemble du lit. En effet, il existe des écarts de température du PVC dans le lit de l'ordre de  $10^{\circ}\text{C}$  pendant l'opération de séchage.

Les Figures 6.22 et 6.23 présentent, à différents instants (1,8 ; 3,6 ; 7,2 ; et 10,2 secondes), les champs de température (images de gauche) et de taux de présence (images du centre) du PVC, ainsi que les champs du flux d'évaporation  $\Gamma_g$  (images de droite) à différentes hauteurs du lit :  $z = 3\text{ cm}$  (images du haut) et  $z = 12\text{ cm}$  (images du bas).

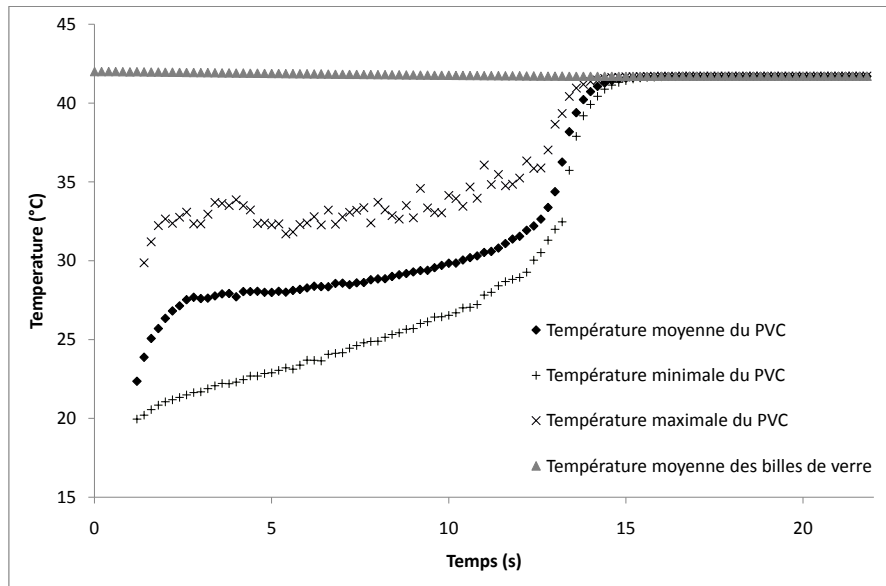


FIGURE 6.21 – Evolution des températures moyennes, minimales, et maximales du PVC et de la température moyenne des billes de verre.

D'une manière générale la température du PVC est uniforme sur les sections supérieures, mises à part les zones où le taux de présence du PVC est faible. Sur les sections inférieures, on remarque que la température du PVC n'est pas uniforme, ceci est essentiellement dû aux phénomènes de recirculation du solide dans le lit fluidisé.

On constate aussi que la température est légèrement plus faible sur les sections à 3 cm, que sur les sections à 12 cm. Ceci est dû à une plus forte intensité de séchage dans la partie basse du lit (comme indiqué par les champs de flux d'évaporation). En effet le bas du lit étant alimenté par de l'air "frais", l'humidité de l'air dans le bas du lit est plus faible, ce qui entraîne un plus grand potentiel de séchage. Ceci est bien illustré par la Figure 6.24 présentant des coupes verticales du lit fluidisé à l'instant  $t = 5,4$  s. Sur cette Figure, les champs de température (image en haut à gauche) et les champs de taux de présence (image en haut à droite) du PVC ainsi que les champs de flux d'évaporation (image en bas à gauche) et d'humidité absolue de l'air (image en bas à droite) sont représentés.

A 10,2 secondes, le séchage est presque terminé (le flux d'évaporation est quasiment nul), et on observe alors que la température du PVC est uniforme entre les sections à 3 et 12 cm, ce qui correspond bien au resserrement de l'écart entre les températures maximales et minimales présentées sur la Figure 6.21.

Cette étude montre les limites des hypothèses formulées lors de la réalisation du modèle 0D du lit fluidisé à immersion :

- Les particules de PVC ne sont convenablement dispersées dans le lit qu'au bout de quelques secondes,
- et, la température des particules de PVC n'est pas uniforme sur toute la hauteur du lit, bien qu'elle soit rapidement uniforme sur une section.

Cependant, les évolutions de la température du PVC et de l'humidité absolue de l'air

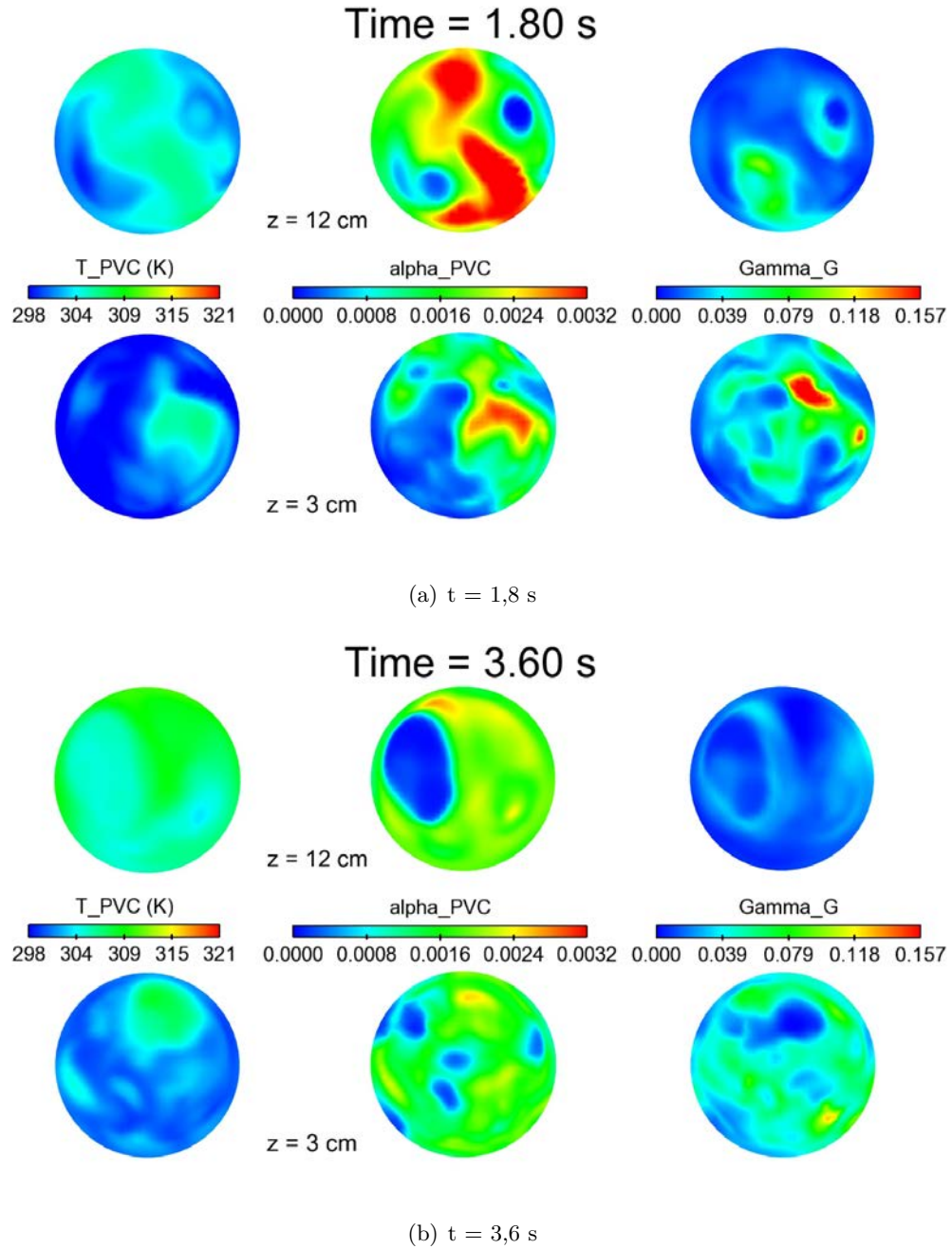


FIGURE 6.22 – Champs de température (images de gauche) et de fraction volumique (images du centre) du PVC et champs du flux d'évaporation (images de droite) à  $z = 3$  cm (images du bas) et  $z = 12$  cm (images du haut), à deux instants : 1,8 et 3,6 s.

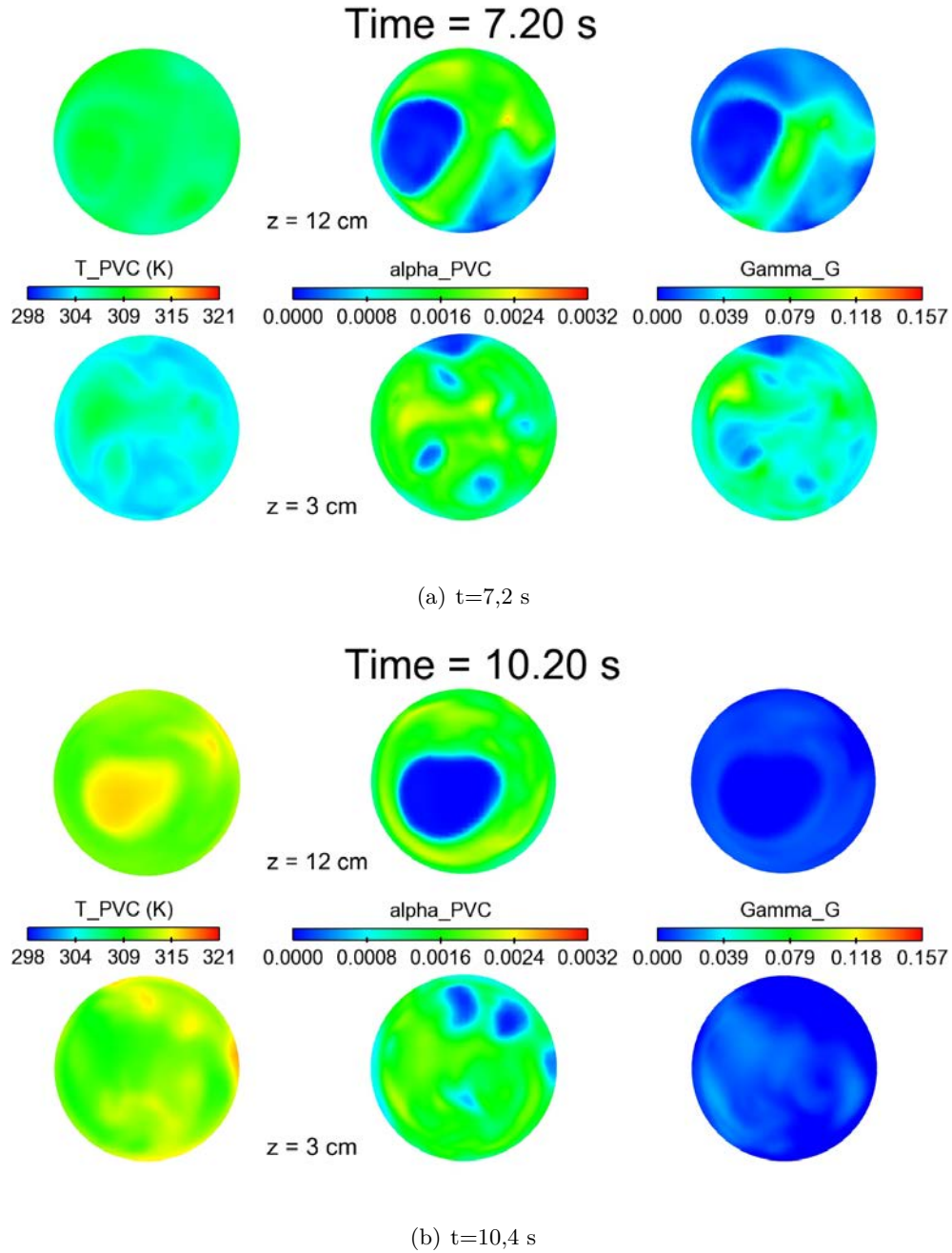


FIGURE 6.23 – Champs de température (images de gauche) et de fraction volumique (images du centre) du PVC et champs du flux d'évaporation (images de droite) à  $z = 3$  cm (images du bas) et  $z = 12$  cm (images du haut), à deux instants 7,2 et 10,2 s.

### 6.3. SIMULATION NUMÉRIQUE 3D DU LIT FLUIDISÉ À IMMERSION AVEC LE CODE NEPTUNE\_CFD.

en sortie obtenues avec le modèle 0D sont proches des résultats moyens obtenus avec la simulation 3D. Donc, malgré une forte simplification de l'hydrodynamique du système, le modèle 0D du lit fluidisé à immersion permet de prédire correctement le traitement thermique subi par les particules de PVC, et la cinétique de séchage.

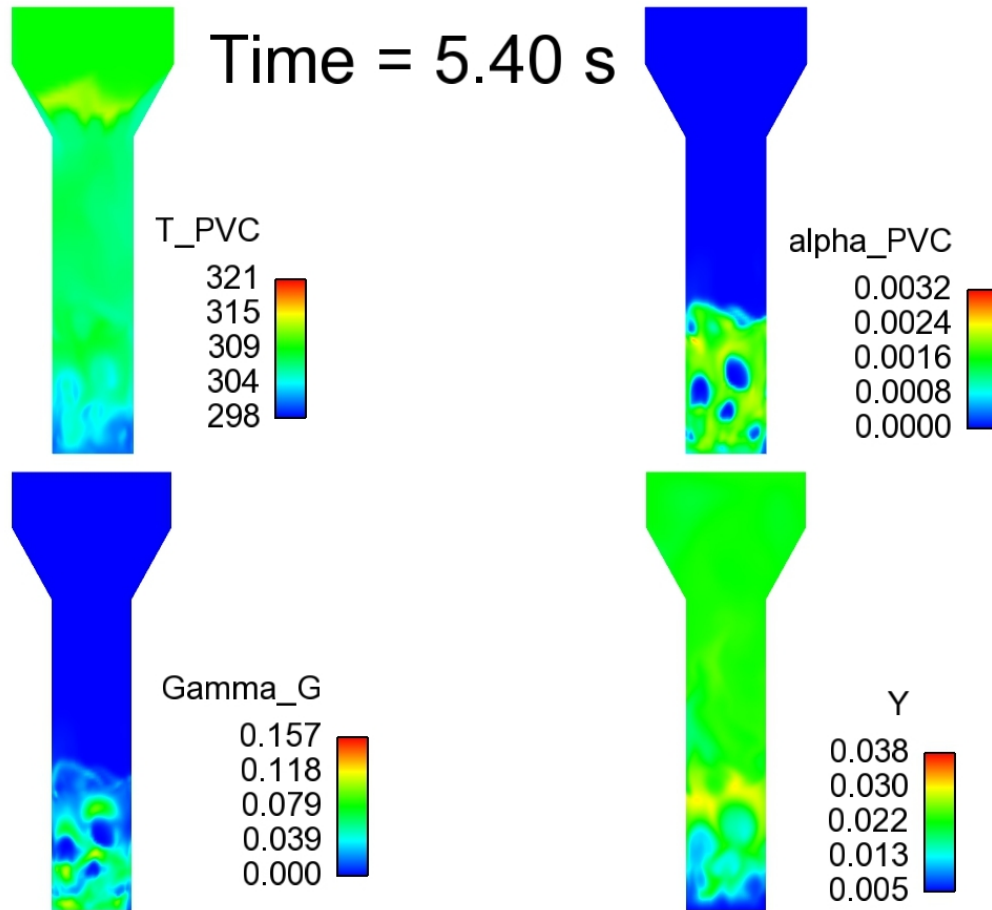


FIGURE 6.24 – Champs de température (image en haut à gauche) et de taux de présence (image en haut à droite) du PVC, champs du flux d'évaporation (image en bas à gauche) et champs d'humidité absolue de l'air (image en bas à droite) à l'instant  $t = 5,4$  s.

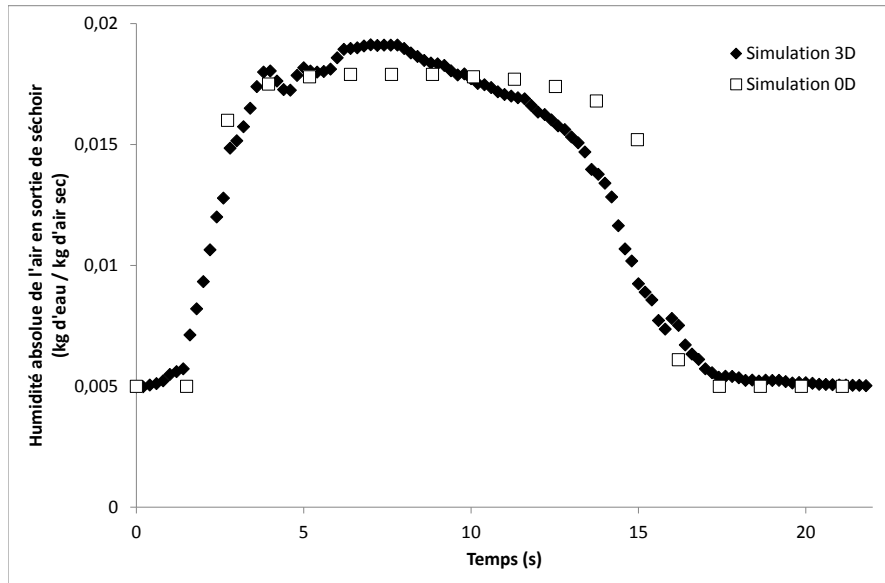
#### Evolution de l'humidité en sortie du lit.

L'évolution de l'humidité de l'air en sortie du lit fluidisé est obtenue en faisant une moyenne volumique sur les mailles composant la sortie de gaz. En effet, la mesure expérimentale de l'humidité de l'air se fait à proximité de cette sortie.

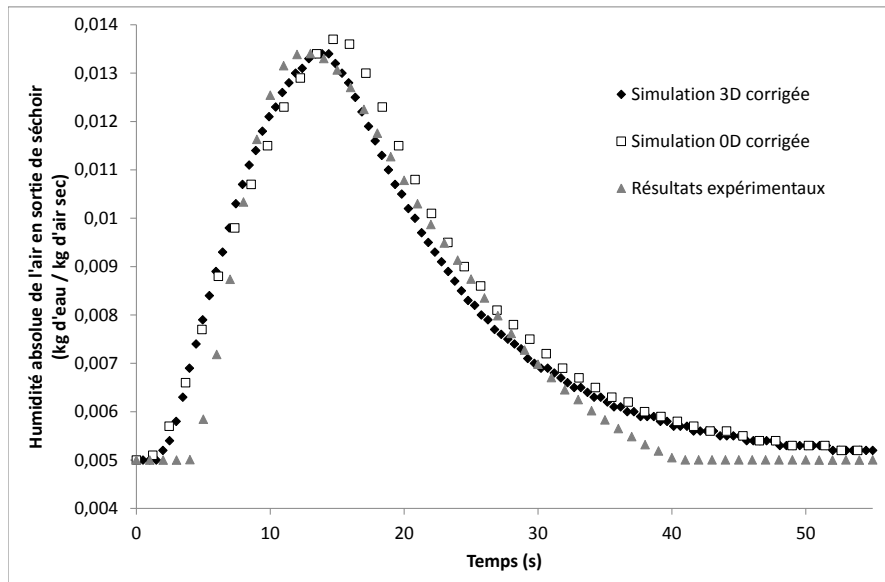
La Figure 6.25(a) présente l'évolution de l'humidité absolue de l'air en sortie du lit fluidisé obtenue par les modèles 0D et 3D, tandis que la Figure 6.25(b) présente ces mêmes résultats corrigés par la fonction de transfert de la sonde, et les compare aux résultats expérimentaux.

Cette Figure montre que les résultats obtenus par simulation 3D sont en accord avec les résultats de la simulation 0D. Les hypothèses émises lors de la réalisation du modèle 1D (mélangeur parfait, isothermicité du lit) n'affectent donc pas l'évolution de l'humidité de l'air de manière significative. De plus, les résultats de simulations sont proches des résultats





(a) Sans correction par la fonction de transfert de la sonde.



(b) Avec correction par la fonction de transfert de la sonde.

FIGURE 6.25 – Evolution de l'humidité absolue de l'air en sortie de lit fluidisé : comparaison des résultats des modèles 0D et 3D et des résultats expérimentaux.

### 6.3. SIMULATION NUMÉRIQUE 3D DU LIT FLUIDISÉ À IMMERSION AVEC LE CODE NEPTUNE\_CFD.

expérimentaux, ce qui montre qu'à la fois le modèle 0D et les simulations 3D permettent de prédire avec précision le comportement du lit fluidisé à immersion expérimental.

#### Influence de la nature du média fluidisé.

Le séchoir à lit fluidisé industriel fonctionne en continu. Dans ce cas, le cake est injecté en continu dans un lit fluidisé constitué d'une quantité très importante de PVC sec. Dans le but de mieux comprendre l'influence de la nature du média fluidisé sur la cinétique de séchage, une simulation a été effectuée en remplaçant les billes de verres par des particules de PVC sec, et en gardant tous les paramètres opératoires identiques aux précédents. La masse de média fluidisé est gardée constante, et comme les particules de PVC ont un diamètre et une masse volumique plus faible que ceux des billes de verre, la simulation 3D conduit à une expansion du lit fluidisé plus importante, d'environ 40,5 cm (Figure 6.26), que celle prédite avec les particules de billes de verre (14,9 cm). Ceci entraîne des taux de présences des particules plus faibles dans l'ensemble du lit.

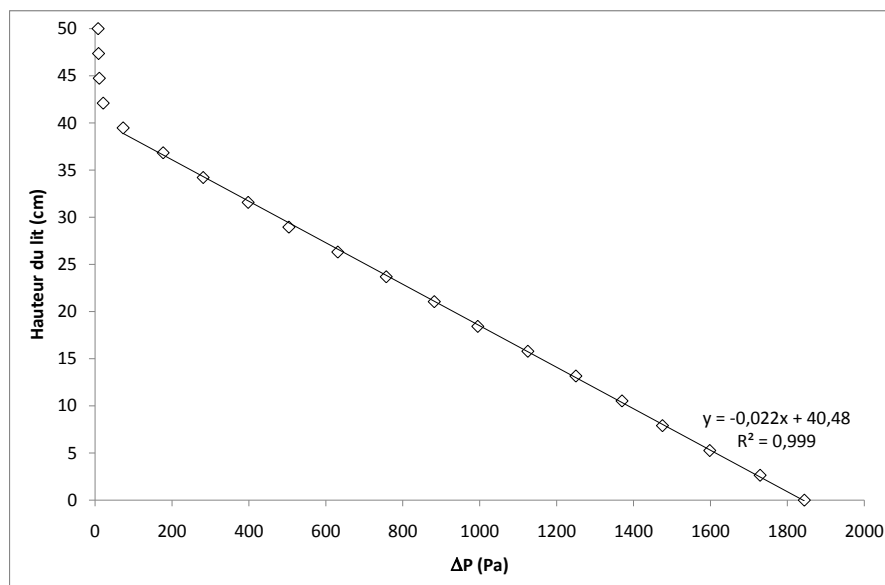
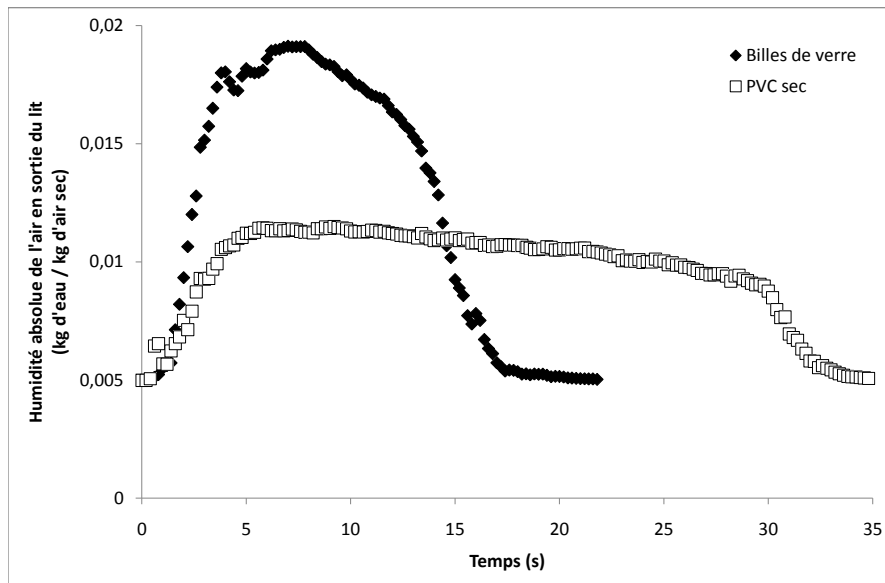
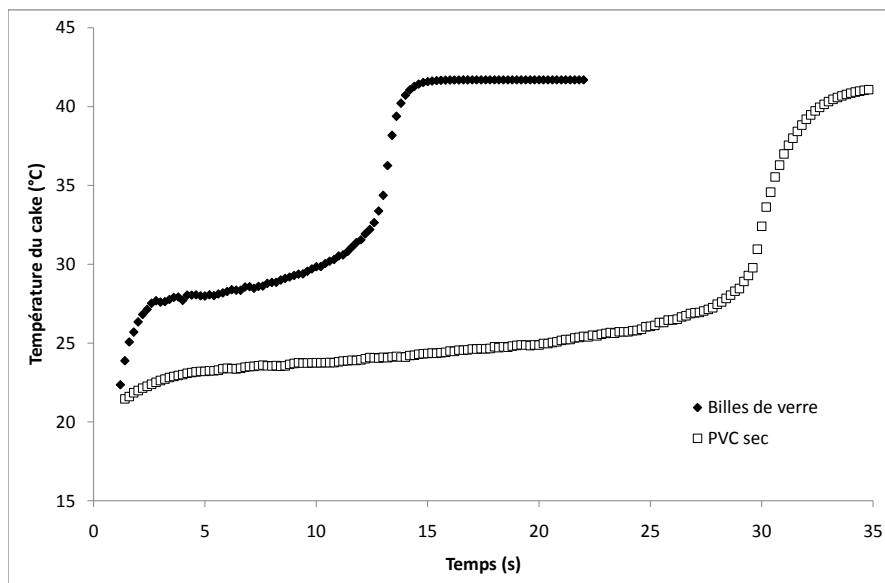


FIGURE 6.26 – Profil de pression moyenne en paroi en fonction de la hauteur du lit dans le cas où le lit est rempli de PVC sec.

La Figure 6.27 représente l'effet de la nature du média sur le séchage du PVC. La Figure 6.27(a) présente l'évolution temporelle de l'humidité absolue de l'air en sortie alors que la Figure 6.27(b) présente l'évolution temporelle de la température moyenne du cake. Ces Figures montrent que le séchage est environ deux fois plus long lorsque les billes de verres ont été remplacées par le PVC sec. Par ailleurs, l'analyse des résultats de simulations montrent que les coefficients de transferts moyens instantanés de matière et de chaleur sont deux fois plus faibles dans le cas de l'utilisation du PVC sec comme média. Ceci est directement lié à la vitesse relative entre le gaz et les particules de cake (ou vitesse de glissement).



(a) Evolution de l'humidité absolue de l'air en sortie du lit fluidisé.



(b) Evolution de la température moyenne du cake.

FIGURE 6.27 – Influence de la nature du média fluidisé sur la cinétique de séchage : comparaison entre les billes de verre et le PVC sec.

### 6.3. SIMULATION NUMÉRIQUE 3D DU LIT FLUIDISÉ À IMMERSION AVEC LE CODE NEPTUNE\_CFD.

En effet, l'observation de la Figure 6.28, où sont portés les profils radiaux, à mi-hauteur du lit, de la différence " $W_{f@p,PVC} - W_{p,PVC}$ " pour les deux cas simulés, montre clairement que la différence entre la vitesse verticale moyenne du gaz et celle des particules est plus importante lorsque les billes de verre sont utilisées comme média.  $W_{f@p,PVC}$  représente la moyenne au sens de Fabre de la vitesse du gaz pondérée par le taux de présence des particules, c'est à dire la vitesse moyenne du gaz où se trouvent les particules :

$$W_{f@p,PVC} = \frac{\sum_{i=p} \alpha_p \cdot W_g \cdot \Delta_t \cdot \rho_g}{\sum_{i=p} \alpha_p \cdot \Delta_t \cdot \rho_g} \quad (6.51)$$

Ceci entraîne donc un nombre de Reynolds particulaire plus important, et donc des coefficients de transfert de matière et de chaleur plus importants.

Cette différence de " $W_{f@p,PVC} - W_{p,PVC}$ " est due à l'effet de la nature du média sur la vitesse interstitielle du gaz d'une part et sur la vitesse des particules d'autre part. En effet, le taux de présence des particules étant plus faible lorsque le lit est rempli de PVC sec, la vitesse interstitielle du gaz sera donc plus faible pour un même débit d'air.

De plus, la masse de cake introduite dans le lit étant très faible devant la masse de média fluidisé, le comportement hydrodynamique des particules de cake est dirigé par celui des particules de média fluidisé : la vitesse moyenne locale du cake est égale à celle du média (Figure 6.19). Or, comme les particules de PVC sec ont un diamètre et une masse volumique plus faibles que les billes de verre, leurs vitesses locales seront plus importantes. En effet, bien que le flux global de particules sur le lit fluidisé soit nul (pas d'envol de particules), les particules de PVC sec parcourent les boucles de recirculation du lit à une vitesse plus importante que les billes de verre. Ainsi, les vitesses des particules de cake sont plus importantes dans le cas où le lit fluidisé est rempli de PVC sec.

Ces résultats peuvent aussi être expliqués par l'analyse macroscopique des phénomènes. En effet, un lit fluidisé peut être considéré comme un milieu diphasique vis à vis du gaz :

- une phase émulsion (ou dense), constituée des particules solides essentiellement en état de minimum de fluidisation : le débit gazeux traversant cette phase correspond au débit au minimum de fluidisation et les échanges gaz-particules ont lieu dans cette phase,
- et, une phase bulle, constituée de cavités presque vides de solide, en mouvement ascendant : le débit gazeux traversant cette phase correspond au débit en excès par rapport à celui au minimum de fluidisation.

Dans la phase émulsion, la vitesse de glissement est supposée égale à la vitesse minimale de fluidisation interstitielle des particules solides ( $U_{mf}/\varepsilon_{mf}$ ). Comme les valeurs de la vitesse minimale de fluidisation des particules de PVC et des billes de verre sont, respectivement, 1,2 et 8,8 cm/s (voir Chapitre 2), le débit ou la vitesse du gaz dans la phase émulsion est plus faible dans le cas où le média est constitué de particules de PVC sec. Les transferts de matière et de chaleur entre le gaz et les particules sont donc moins intenses, et le temps de séchage plus long, dans ce cas.

En conclusion ces résultats montrent que la nature du média fluidisé a une forte influence sur le comportement hydrodynamique des particules de cake, et donc sur la cinétique de séchage. De plus ils montrent que les hypothèses formulées lors de l'établissement du modèle 0D (vitesse de glissement équivalente à la vitesse superficielle du gaz) ne sont

probablement valides que dans le cas où le média fluidisé a une forte inertie hydrodynamique, c'est à dire, que ses vitesses ascendantes et descendantes (et donc celles des particules de PVC) sont suffisamment faibles. En effet, comme le montre la Figure 6.29, l'évolution de l'humidité de l'air en considérant le lit rempli de PVC sec est très différente selon l'approche employée, la simulation 3D ou le modèle 0D. Cependant, en l'absence de résultats expérimentaux à comparer, on ne peut pas démontrer quelle est l'approche qui donne les meilleurs résultats. Ainsi, une étude systématique portant sur l'effet de la taille et de la masse volumique du média fluidisé doit confirmer ou non les remarques formulées ci-dessus.

### 6.3. SIMULATION NUMÉRIQUE 3D DU LIT FLUIDISÉ À IMMERSION AVEC LE CODE NEPTUNE\_CFD.

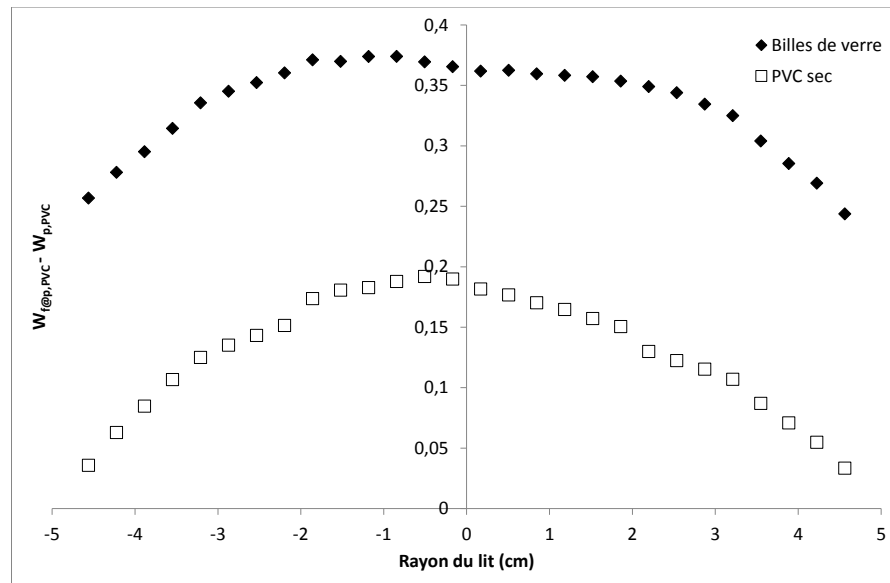


FIGURE 6.28 – Comparaison des profils de vitesses dans les deux cas de simulations.

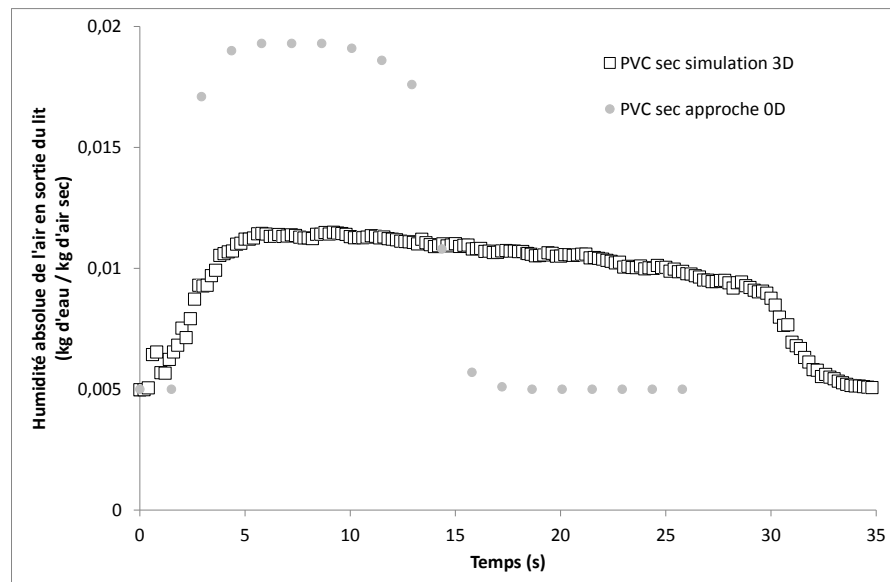


FIGURE 6.29 – Comparaison des résultats de simulation 3D et de l'approche 0D dans le cas du PVC sec comme média fluidisé.

## 6.4 Conclusion.

Dans ce chapitre, l'étude numérique de la cinétique de séchage à l'échelle d'une particule de PVC a été réalisée. Cette étude consiste en la réalisation de :

- un modèle de séchage d'une particule isolée, permettant d'établir une loi cinétique du séchage du PVC,
- un modèle simulant le pilote expérimental (le lit fluidisé à immersion), permettant de valider cette loi par comparaison avec les résultats expérimentaux,
- et, finalement, une simulation 3D du pilote expérimental, permettant de simuler avec précision l'hydrodynamique du lit fluidisé.

La loi cinétique développée considère que le séchage a lieu sur un front d'évaporation mobile progressant de la surface de la particule vers son cœur. Ce front de séchage divise la particule en deux zones :

- un noyau humide, contenant toute l'humidité de la particule,
- et, une croûte sèche, à travers laquelle la vapeur d'eau diffuse du front d'évaporation vers la surface de la particule.

Les résultats théoriques ont montré que, pour les conditions opératoires retenues, la conduction de la chaleur à travers la croûte sèche n'est pas limitante. Ainsi la température de la particule est considérée comme uniforme.

La loi cinétique ainsi établie est intégrée dans le modèle du lit fluidisé à immersion en considérant le lit fluidisé comme un milieu parfaitement mélangé. Les résultats montrent que le modèle prédit correctement l'influence :

- de la température du lit,
- du débit d'air sec pour des valeurs supérieures à 10kg/h ( $U/U_{mf} > 3,7$ ),
- et, de l'humidité initiale de l'air entre 0 et 16 g d'eau / kg d'air sec.

Pour des débits d'air sec plus faibles et des humidités de l'air en entrée plus hautes, le modèle surestime la cinétique de séchage. Ce phénomène peut être attribué à l'influence importante de ces deux paramètres sur la dispersion de l'échantillon de cake. En effet, à haute humidité initiale ou à faible débit d'air sec, la dispersion de l'échantillon est plus difficile, or, ce modèle considère que la dispersion de l'échantillon est instantanée et parfaite.

De plus, l'étude paramétrique réalisée sur ce modèle a montré que la cinétique de séchage du PVC en poudre était contrôlée par une compétition entre les transferts internes et externes à la particule.

Finalement, une simulation 3D du lit fluidisé a été réalisée à l'aide du code NEPTUNE\_CFD, permettant de simuler le pilote expérimental en tenant compte des interactions hydrodynamiques entre l'air, les billes de verre, et les particules de PVC. Ces résultats ont montré que les particules de PVC se dispersent rapidement dans l'ensemble du lit, validant ainsi l'hypothèse du mélangeur parfait. Malgré les hypothèses simplificatrices utilisées pour l'établissement du modèle 0D, les résultats de ce modèle sont proches des résultats de la simulation 3D ainsi que des résultats expérimentaux.

Cependant la simulation réalisée avec du PVC sec comme média fluidisé a montré que la nature du média fluidisé a une forte influence sur les comportement hydrodynamique

des particules de cake, et donc sur la cinétique de séchage. Les hypothèses formulées lors de la conception du modèle 0D ne sont donc valides que dans le cas où le média fluidisé a une forte inertie hydrodynamique. D'autre part ces résultats montrent qu'il existe un gradient de température du PVC entre le bas et le haut du lit fluidisé, mettant en défaut l'hypothèse d'isothermicité du lit fluidisé.



Lire la seconde partie de la thèse